

SÉRIE A, N° 4015
N° D'ORDRE
4866

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE **DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES**

PAR

Francis DABOSI

1^{re} THÈSE. —

} Contribution à l'étude de l'influence de la pureté
du fer sur certaines de ses propriétés magnétiques
et sur son amortissement interne.

2^e THÈSE. —

} Propositions données par la Faculté.

Soutenues le 1^{er} décembre 1962 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON, *Président*

FREYMANN }

A. MICHEL }

TALBOT }

Examineurs

SÉRIE A, N° 4015
N° D'ORDRE
4866

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE **DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES**

PAR

Francis DABOSI

1^{re} THÈSE. —

} Contribution à l'étude de l'influence de la pureté
du fer sur certaines de ses propriétés magnétiques
et sur son amortissement interne.

2^e THÈSE. —

} Propositions données par la Faculté.

Soutenues le 1^{er} décembre 1962 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON, *Président*

FREYMANN

A. MICHEL

TALBOT

} *Examineurs*



FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

Doyen M. ZAMANSKY

PROFESSEURS

G. Julia	T	Analyse supérieure et algèbre supér.	Fortet	T	Calcul de probabilités et physique mathém.
De Broglie	T	Théories physiques	Schwartz	T	Calcul différentiel et intégral
Prenant	T	Anatomie et histol. comparées	Chouard	T	Physiologie végétale
Grassé	T	Evolution des êtres organisés	Malavard	T	Aviation (Technique aéronautique)
Prévost	T	Chimie organique	Brelot	T	Calcul différentiel et intégral
Chaudron	T	Chimie appliquée	Normant	T	Synthèse organique générale
Wyart	T	Minéralogie et cristallographie	Bénard	T	Chimie/minérale
Teissier	T	Zoologie	Buvat	T	Botanique (E.N.S.)
Mangenot	T	Biologie végétale (Orsay)	Dugué	T	Statistiques mathématiques
Auger	T	Physique quantique et relativité	Soulairac	T	Psychophysiologie
Monnier	T	Physiologie générale	Ulrich	T	Physiologie végétale
Piveteau	T	Paléontologie	Maréchal	T	Optique théorique et appliquée
Rocard	T	Physique (E.N.S.)	Kirrmann	T	Théories chimiques
Cartan	T	Mathématiques (E.N.S.)	Chadefaud	T	Botanique
Laffitte	T	Chimie générale	Mlle Le Breton	T	Physiologie de la nutrition
Favard	T	Géométrie supérieure	Salem	T	Mathématiques générales
Coulomb	T	Physique du globe	Lelong	T	Applications de l'analyse à la géométrie
Mlle Cousin	T	Biologie animale (S.P.C.N.)	Devillers	T	Anatomie et histologie comparées
Chrétien	T	Chimie minérale	Ehresmann	T	Topologie algébrique
Drach	T	Zoologie	Françon	T	Physique (S.P.C.N.)
Kastler	T	Physique (E.N.S.)	Glaudeaud	T	Géographie physique et géologie dynam.
Ephrussi	T	Génétique	Godement	T	Mathématiques (M.P.C.)
Rivière	T	Géologie S.P.C.N. et sédim.	Pisot	T	Tech. mathém. de la physique
Gautheret	T	Biologie végétale (P.C.B.)	Roch	T	Géologie
R. Lucas	T	Recherches physiques	Schatzman	T	Astrophysique
A. Thomas	T	Biologie cellulaire	Termier	T	Paléontologie stratigraphique
Arnulf	T	Optique appliquée	Zamansky	T	Mathématiques générales
Morand	T	Physique enseignement	Lennuler	T	Physique (M.G.P.)
Soleillet	T	Physique (P.C.E.)	Rizet	T	Génétique (Orsay)
Fortier	T	Mécanique expérimentale des fluides	Routhier	T	Géologie appliquée
Danjon	T	Astronomie	Mme Tonnelat	T	Physique théorique
Petit	T	Biologie maritime	Dixmier	T	Mathématiques (M.P.C.)
Queney	T	Météorologie et dynamique atmosphérique	Souchay	T	Chimie générale
Gallien	T	Embryologie	Aigrain	T	Electrotechnique générale
Eichhorn	T	Botanique	Brusset	T	Chimie systématique
De Cugnac	T	Biologie végétale (S.P.C.N.)	M. Lévy	T	Physique théorique des hautes énergies (Orsay)
Mlle Cauchois	T	Chimie physique	Mme Chaix	T	Chimie biologique
Thellier	T	Physique du globe	Mme Hurel-Py	T	Biologie végétale (P.C.B.)
L'Héritier	T	Biologie générale (Orsay)	Piaux	T	Chimie (M.P.C.)
Grivet	T	Radioélectricité (Orsay)	Brun	T	Mécanique théorique des fluides
Poncin	T	Mécanique générale	Lederer	T	Chimie biologique
Dubreil	T	Arithmétique et théorie des nombres	Mme Dubreil	T	Mathématiques (Agrég.)
Quelet	T	Chimie organique	Mme Lelong	T	Mathématiques (E.N.S.)
Cagniard	T	Géophysique appliquée	Bellair	T	Géologie (S.P.C.N.)
Champetier	T	Chimie macromoléculaire	Cotte	T	Physique électricité
Cuvillier	T	Micropaléontologie	J.-E. Dubois	T	Chimie organique
Jung	T	Pétrographie	Lamotte	T	Zoologie (E.N.S.)
Trillat	T	Microscopie et diffraction électronique	A. Michel	T	Chimie minérale (Orsay)
Wiemann	T	Chimie organique et structurale	Olmer	T	Energétique générale
Jacquinet	T	Spectroscopie et physique céleste (Orsay)	Rouault	T	Electricité (Orsay)
Vassy	T	Physique de l'atmosphère	Gauthier	T	Mécanique appliquée
Destouches	T	Théories physiques	Barchewitz	T	Chimie physique
Amiel	T	Chimie générale	Brossel	T	Physique atomique
Hocart	T	Minéralogie et cristallographie	Buser	T	Biologie comparée
J.-P. Mathieu	T	Physique (optique)	Camus	T	Physiologie végétale (B.M.P.V.)
Couteaux	T	Biologie animale (P.C.B.)	Castaing	T	Physique (Orsay)
May	T	Zoologie (Orsay)	Curien	T	Minéralogie et cristallographie
Choquet	T	Théorie des fonctions et topologie	Moyse	T	Physiologie végétale (Orsay)
Feldmann	T	Biologie végétale marine	Noirot	T	Evolution des êtres org.
Guinier	T	Physique des solides (Orsay)	Pannetier	T	Chimie générale (Orsay)
Jost	T	Physiologie comparée	Possompes	T	Zoologie

Pullmann	T	Chimie théorique	Franc	Biologie animale (P.C.B.)
Teillac	T	Physique nucléaire et radioactivité	Schnell	Botanique tropicale (Orsay)
Tonnellat	T	Biologie physico-chimique	Stolkowski	Physiologie générale
Ville	T	Econométrie	Acher	Chimie biologique (Orsay)
Willemart	T	Chimie (P.C.B.)	Baudoin	Biologie animale (P.C.B.)
Dodé	T	Chimie (Orsay)	Beaumont	Biologie animale (S.P.C.N.)
Freymann	T	Recherches physiques	Blamont	Géophysique ionosphère
Guinochet	T	Biologie végétale (S.P.C.N.) (Orsay)	Bourreau	Botanique
Rollet	T	Chimie (P.C.B.)	D. Curie	Physique (M.G.P.)
Mlle Josien	T	Chimie (S.P.C.N.)	Durand-Delga	Géologie
Chevalley	T	Géométrie algèbr. et théorie des groupes	Fréon	T Chimie organique (Orsay)
Arnoult	T	Electronique (Orsay)	Heller	Physiologie végétale
Chapelle	T	Physique (Orsay)	Tortrat	Calcul des probabilités
Delange	T	Mathématiques (Orsay)	Cailleux	Géologie (S.P.C.N.)
Deny	T	Mathématiques générales (Orsay)	Magnan	T Physique (S.P.C.N.)
Germain	T	Mécanique théorique des fluides	Daudel	T Mécanique ondulatoire appliquée à la chimie théorique et à la physique nucléaire
G. Lucas	T	Géologie		
Allard	T	Chimie physique		
Berthelot	T	Physique fondamentale des hautes énergies (Orsay)	Mlle Fourcroy	Biologie végétale (S.P.C.N.)
Bricart	T	Météorologie et physique de l'atmosphère	Mme Choquet-Bruhat	T Mécanique analytique et mécanique céleste
Mme Albe-Fessard		Psychophysiologie		
Friedel		Physique des solides (Orsay)	Mlle Veil	Physiologie générale
M. Julia		Etudes des moléculaires naturelles complexes	Lwoff	T Microbiologie
Lender	T	Biologie animale (S.P.C.N.) (Orsay)	Siestrunck	T Mécanique physique et expérimentale
Magat		Physico-chimie des radio-éléments	Lacombe	T Métallurgie des métaux nucléaires
Mlle Quintin	T	Electrochimie	Brochard	T Physique P.C.B. (Orsay)
Monod	T	Chimie du métabolisme	Cabannès	T Mécanique générale
Benoit	T	Physiologie animale (Orsay)	Lesieur	T Mathématiques (M.P.C.) (Orsay)
de Possel	T	Analyse numérique	Mazet	T Mécanique générale (Orsay)
Charlot	T	Chimie analytique		
Haissinsky	T	Radiochimie	Caire	Géographie phys. et Géol. dynamique
Lemée	T	Physiologie végétale (B.M.P.V.) (Orsay)	Comolet	Mécanique des fluides
Guérin	T	Chimie (M.P.C.) (Orsay)	Corabœuf	Physiologie animale
M. Chatelet		Chimie (P.C.B.)	Delloue	Physique de l'exosphère
Jean	T	Physique nucléaire (Orsay)	Gorenflot	Botanique II (Orsay)
Mattler	T	Physique (S.P.C.N.)	Houillon	Biologie animale P.C.B.
Louis Michel		Physique théorique des hautes énergies (Orsay)	J. Jullien	Chimie P.C.B.
Bergerard		Zoologie (Orsay)	Malgrange	Tech. math. de la phys.
Bertein		Electronique (Orsay)	Olivier	Anthropologie
Bouissières		Chimie des radioéléments (Orsay)	Nozeran	T Botanique II (Orsay)
Mme Couture		Thermodynamique et mécan. physique	Blanc-Lapierre	Physique E.N.S. (Orsay)
Ellenberger		Géologie appliquée s/ le terr.	Chevaugéon	T Botanique (Orsay)
			Kahane	T Math. (Orsay)
			Samuel	T Math. E.N.S.
			Kourganoff	T Astronomie (Orsay)
			Thiry	T Mécanique céleste

Secrétaire général..... R. POUILLAIN

A MONSIEUR LE PROFESSEUR GEORGES CHAUDRON

Membre de l'Institut

Hommage de profonde gratitude

A MES PARENTS,
A MA FEMME ET A MA FILLE,
Témoignage d'affection.

Remerciements

Nous prions M. Georges Chaudron, membre de l'Institut, professeur à la Faculté des Sciences de Paris, directeur du Centre d'Etudes de Chimie métallurgique de Vitry, de bien vouloir trouver ici l'expression de notre très respectueuse gratitude pour l'intérêt qu'il n'a cessé de nous manifester et pour les fructueux conseils prodigués au cours de ces quelques années passées au Laboratoire de Vitry.

Que M. Léon Moreau, Directeur adjoint du Centre d'Etudes de Chimie métallurgique de Vitry veuille bien croire à notre très vive reconnaissance. Sa compétence et sa compréhension des problèmes de recherches ont été de précieux auxiliaires de notre travail.

Nous exprimons notre profonde gratitude à Monsieur Jean Talbot, Maître de Conférences à la Faculté des Sciences de Paris, Chef de Service au Laboratoire de Vitry, qui nous a accueilli dans son service et a su nous faire profiter de son expérience avec bienveillance.

Nous remercions bien vivement Monsieur Israël Epelboin, Directeur de Recherches au Centre national de la Recherche scientifique, qui nous a initié à certaines techniques de mesures magnétiques et à leurs applications et Monsieur Eugène Thellier, Professeur à la Faculté des Sciences de Paris, Directeur de l'Observatoire de Saint-Maur, qui nous a conseillé pour la réalisation de notre magnétomètre.

Nous remercions tous nos collègues et camarades de Vitry et plus particulièrement Monsieur Bernard Dubois, dont le concours nous fut souvent utile.

Nous avons apprécié tout spécialement le dévouement et l'habileté de Madame Dambrine et de Monsieur Losignol.

Enfin, nous remercions le Commissariat à l'Energie atomique pour l'aide matérielle qui nous a permis de mener à bien ce travail.

Contribution à l'étude de l'influence de la pureté du fer sur certaines de ses propriétés magnétiques et sur son amortissement interne

par Francis DABOSI

INTRODUCTION GÉNÉRALE

L'emploi de la méthode de purification par zone fondue a permis, au cours des dernières années, d'obtenir de très précieuses informations sur le rôle des traces ultimes d'impuretés dans les métaux. On a pu montrer qu'il n'était pas possible de définir le comportement d'un métal de très haute pureté par une simple extrapolation des propriétés de métaux de pureté inférieure.

Ainsi, dans le domaine de la recristallisation, de la polygonisation, des propriétés mécaniques au voisinage de la limite élastique et à basse température, de l'aptitude au chargement en protons, le fer, préparé par la méthode de la zone fondue, possède des propriétés tout à fait nouvelles.

Dans le cadre des recherches effectuées au Laboratoire de Vitry, concernant l'influence de la pureté sur les propriétés physiques des métaux, nous avons eu pour dessein de préciser le comportement magnétique du fer de zone fondue. Ce matériau, dont la teneur globale en impuretés n'excède jamais $20 \text{ à } 30.16^{-6}$, représente, dans notre étude, le terme ultime d'une gamme de fers de puretés différentes.

On connaît toute l'importance de la qualité du réseau du fer sur ses caractéristiques magnétiques. Abaisser la teneur en impuretés du fer — et en particulier celle en métalloïdes — revient à réduire les zones d'imperfections cristallographiques, réputées responsables de la chute des propriétés magnétiques du matériau idéalement pur.

Nous avons tout d'abord procédé à l'observation des structures magnétiques, selon la technique de Bitter et

tenté de montrer de quelle manière la pureté agit sur les dimensions des domaines, sur la qualité des structures révélées et sur leurs modifications en présence d'un champ extérieur. L'observation dynamique des déplacements de parois de domaines fait l'objet d'un film.

Nous avons ensuite étudié la courbe d'aimantation et le cycle d'hystérésis des fers dont nous disposons. Nous avons utilisé concurremment plusieurs techniques, certaines étant spécifiques d'une région déterminée de la courbe d'aimantation. La courbe de première aimantation a été obtenue à l'aide d'un perméamètre à bobines démontables et d'un magnétomètre astatique très sensibles. Le tracé du cycle d'hystérésis a pu être effectué, d'une manière très simple, à l'aide de ce dernier appareil.

La partie initiale de la courbe de première aimantation, particulièrement sensible au degré de pureté du fer, a été étudiée au Pont de Maxwell. Cette méthode seulement valable dans le domaine de Rayleigh, nous a conduit à effectuer la séparation des pertes du matériau, soumis à un champ alternatif de faible amplitude.

En particulier, la possibilité pour un échantillon donné, dans le cas du fer de plus haute pureté, de relier la structure en domaines, observée micrographiquement, à l'anomalie des pertes par courants de Foucault, mesurée au Pont de Maxwell, nous a conduit à l'établissement d'une loi expérimentale.

Parallèlement, des mesures de frottement interne ont été faites au pendule de torsion. Nous avons ainsi tenté de classer les diverses nuances de fer étudiées. L'exis-

tence d'une relation entre l'amortissement et l'amplitude de torsion nous a poussé à faire quelques déterminations sous champ magnétique et à préciser l'influence de la mobilité des dislocations et des propriétés magnétiques sur le frottement interne du fer de zone fondue.

Nous avons divisé notre travail en quatre parties :

I. — Influence de la pureté du fer sur la subdivision en domaines de Weiss.

II. — Influence de la pureté du fer sur ses caractéristiques magnétiques.

III. — Etude de l'anomalie des pertes par courants de Foucault du fer de zone fondue en relation avec la subdivision de ce métal en domaines de Weiss.

IV. — Influence de la pureté sur l'amortissement interne du fer.

CHAPITRE I

INFLUENCE DE LA PURETÉ DU FER SUR LA SUBDIVISION EN DOMAINES DE WEISS

Actuellement, la théorie des domaines de Weiss permet d'interpréter la plupart des mécanismes qui interviennent dans l'aimantation d'une substance ferromagnétique. Weiss supposait qu'un cristal de métal ferromagnétique était divisé en petites régions, appelées domaines élémentaires, aimantés à saturation dans l'une des directions de facile aimantation (axes [100] dans le cas du fer). En l'absence d'un champ extérieur, l'aimantation extérieure est nulle, ce qui implique une compensation mutuelle de l'aimantation spontanée. La zone de transition séparant deux domaines contigus est appelée paroi de Bloch. En présence d'un champ extérieur, les processus de déplacements de parois, de rotation de la direction d'aimantation de chaque domaine, le mode de franchissement des inclusions ou des défauts par les parois de Bloch sont à la base des conceptions fondamentales relatives aux divers paramètres d'une courbe d'aimantation.

Aussi, nous a-t-il paru intéressant de commencer l'étude des propriétés magnétiques de fers de différentes puretés par la comparaison des structures de domaines, révélés par les figures de Bitter.

I. — TECHNIQUE D'OBSERVATION DES DOMAINES DE WEISS ET PRÉPARATION DU COLLOÏDE

Nous avons utilisé la méthode classique d'Elmore (1) qui consiste à déposer sur l'échantillon poli électrolytiquement une suspension de magnétite semi-colloïdale. Les particules sont attirées par les zones où existent des charges libres et en particulier par les intersections des parois de Bloch avec la surface de l'éprouvette. Ainsi, peut-on révéler la subdivision du matériau en domaines séparés par des lignes de concentration de magnétite qui matérialisent ce qu'il est convenu d'appeler les parois de Bloch.

1) Préparation du colloïde

Nous avons utilisé le mode opératoire préconisé par Craik et Griffiths (2). 2 g de FeCl_2 , $4\text{H}_2\text{O}$ et 5,4 g

de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sont dissous dans 300 cc d'eau portée à 70°C . On verse goutte à goutte en agitant constamment, 5 g de NaOH dissous dans 50 cc d'eau. On obtient un épais précipité noir de Fe_3O_4 qui est abondamment lavé à l'eau distillée pour éliminer NaCl et la soude en excès. Une solution N/10 de HCl , ajoutée à la boue de Fe_3O_4 sert à peptiser le précipité. On obtient un colloïde très dense que l'on stabilise à l'aide d'une solution de tylose (carboxyméthyl cellulose) à 1 % (3).

La dialyse prolongée de cette solution dans l'eau distillée, à travers une membrane de cellophane, élimine les ions Cl^- . Nous avons constaté une assez faible agressivité de cette suspension colloïdale vis-à-vis de la surface polie de l'échantillon.

Accidentellement, la magnétite flocule parfois en certains points de l'échantillon.

Le tylose remplace avantageusement la solution d'oléate de sodium utilisée par Elmore. En effet, si on laisse sécher lentement la solution de magnétite stabilisée au tylose et additionnée de quelques gouttes de glycérine, il se forme un film aisément détachable qui constitue une réplique de la structure magnétique: les particules de magnétite, initialement en suspension, ont révélé les parois avant de se trouver figées. On a alors tout le loisir d'examiner « à posteriori », une structure magnétique correspondant à un état d'aimantation déterminé du matériau. L'observation, que nous avons toujours effectuée en microscopie optique, en déposant la pellicule de magnétite sur un miroir pour augmenter le contraste, peut être également effectuée en microscopie électronique par transmission. Dans ce cas, on procède à une dilution importante de la suspension mère. Dans le cas des observations classiques, le diamètre des particules est compris entre 10^{-2} et $10^{-1}\mu\text{m}$.

2) Préparation des éprouvettes

Les échantillons se présentent généralement sous forme de plaquettes de dimensions moyennes $10 \times 30 \times 0,2$ mm. Dans certains cas, nous avons effectué les observations micrographiques sur des couronnes plates étudiées à l'aide de bobines démontables, comme nous le verrons au chapitre II.

Les éprouvettes, longuement recuites sous courant d'hydrogène pur et sec à 850 °C, sont refroidies lentement au four (2 à 3 °C/mn).

L'état de surface est un facteur très important pour une observation convenable de la structure magnétique d'un matériau. Le polissage mécanique est à proscrire car il se forme alors une couche superficielle écrouie.

D'autre part, il faut éviter, autant que possible, tout vallonnement de la surface, générateur de charges libres et d'une désaimantation parasite de l'éprouvette.

Pour ces divers motifs, nous avons adopté le polissage électrolytique dans le bain de Jacquet : 95 % d'acide acétique, 5 % d'acide perchlorique, refroidi extérieurement par le mélange eau-glace. La tension appliquée est de 38 volts. La cathode est en acier inoxydable et l'anode est constituée par l'échantillon.

Eventuellement, le polissage électrolytique est suivi d'une attaque anodique dans un bain de sulfocyanure d'ammonium à 0,25 % sous 2 volts, ce qui entraîne la formation de figures de corrosion (4). On dispose ainsi d'un moyen simple pour connaître rapidement et approximativement l'orientation des cristaux.

A titre d'exemple, la figure 1 groupe, pour un cristal donné, les figures de corrosion et la structure magnétique observées, parfaitement caractéristiques de l'orientation (100) du plan de surface.

3) Observation des domaines de Weiss en microscopie électronique en transmission.

Ce mode d'observation des domaines de Weiss, qui ne nécessite l'emploi d'aucun semi-colloïde magnétique,

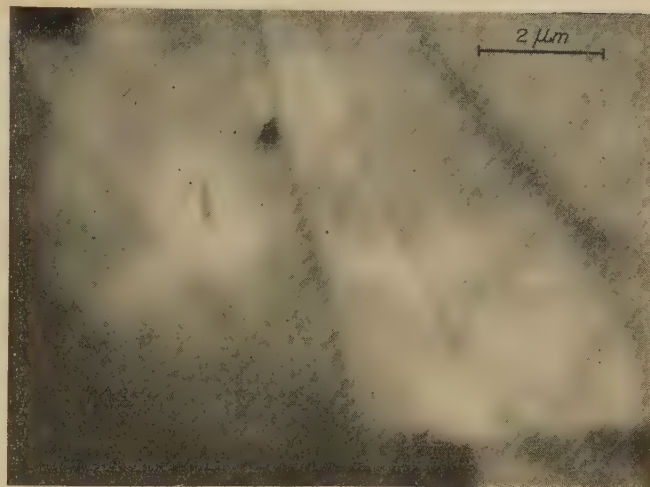


Fig. 2. — Micrographie électronique. Mise en évidence des domaines de Weiss sur un échantillon de fer de zone fondue. (Réduction de 1/4 environ à la reproduction).

utilise la déviation du faisceau électronique par le champ interne du métal, dont la direction varie d'un domaine à l'autre (5). Les limites des domaines apparaissent alternativement claires et sombres en amenant le premier plan focal de la lentille objectif légèrement en avant ou en arrière du plan de l'échantillon. La figure 2 donne un exemple de structure magnétique révélée sur un échantillon de fer de zone fondue recristallisé, aminci ensuite selon la technique de Messenger (6)

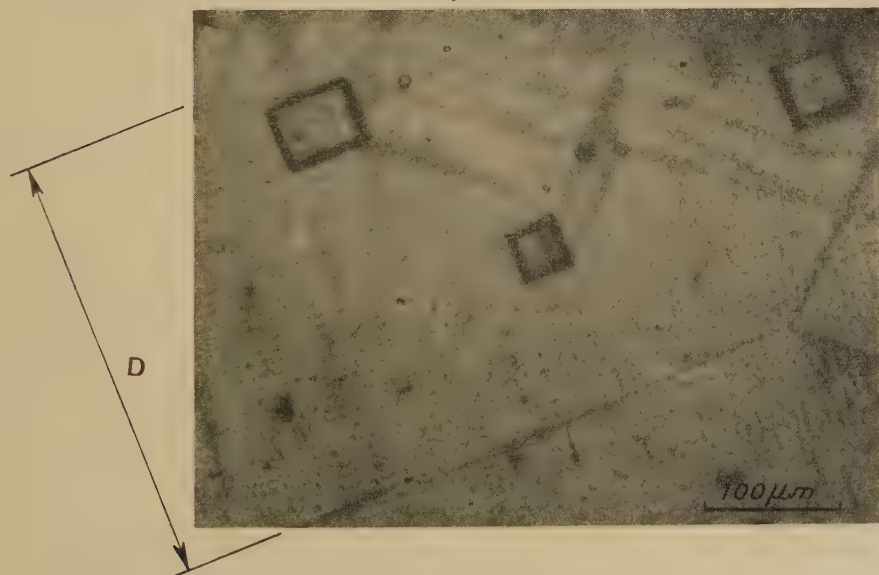


Fig. 1. — Fer de zone fondue. Remarquer les domaines de fermeture se formant à partir d'une figure de corrosion (plan voisin de (100)).

II. — ANALYSE DES DIVERS FERS ÉTUDIÉS

Nous désignerons par A, B, C, D..., les variétés de fer étudiées dans le présent chapitre ou au cours des chapitres suivants.

D'une manière générale, par ordre de pureté croissante, ces fers se rattachent à trois nuances fondamentales.

1) Le fer armco, fer pur industriel, dont le tableau I donne une analyse réduite aux éléments essentiels.

Ce métal, recuit sous vide, sera désigné « fer A ».

En revanche, nous appellerons fer B, le fer armco qui aura subi un recuit de purification de 48 heures sous courant d'hydrogène. Ce recuit abaisse considérablement la teneur en métalloïdes (C, N, S, P).

TABLEAU I. — *Fer armco (fer A)* (les teneurs sont exprimées en 10^{-6})

C	Si	S	P	Mn	Ni	Cu
250	500	260	70	250	220	1 000

TABLEAU II. — *Fer électrolytique (fer C)*

C	O	S	P	Mn	Ni	Cu
20	20	9	1	0,25	100	4,5

2) Le fer électrolytique (7) (fer C) dont le tableau II donne la composition. Les résultats correspondent à une moyenne de valeurs observées sur un grand nombre d'analyses. On peut noter la teneur encore élevée en nickel, tandis que la somme (C + O) atteint $40 \cdot 10^{-6}$ environ.

Le fer électrolytique est amélioré par fusion sous hydrogène (fer D). La majeure partie du chlore dont la teneur peut atteindre 0,1 % dans le fer C est alors chassée.

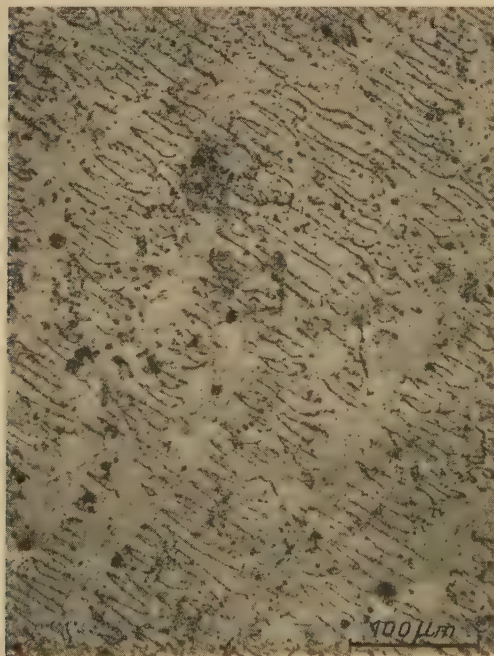


Fig. 3. — *Fer armco*. Plan voisin de (110).
(Réduction de 1/8 environ à la reproduction).

3) Le fer de zone fondue (8) qui ne contient plus que $10 \cdot 10^{-6}$ de carbone environ, tandis que la plupart des autres éléments sont amenés à des teneurs inférieures à $1 \cdot 10^{-6}$. On notera en particulier les très faibles teneurs en oxygène et en azote, éléments déterminants dans les propriétés magnétiques.

Nous avons plus particulièrement étudié les nuances E, F, G, H, I et nous donnons à cet effet en appendice les résultats complets des analyses correspondantes.

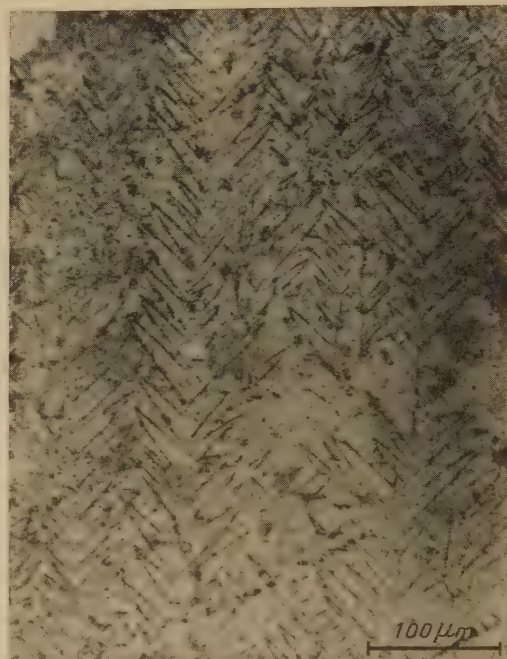


Fig. 4. — *Fer électrolytique*. Plan voisin de (100).
(Réduction de 1/8 environ à la reproduction).

III. — MODES D'OBSERVATION DES FIGURES DE BITTER

Nous diviserons l'exposé des résultats en deux groupes :

1) D'une part, nous présenterons les observations « statiques » consistant à étudier le métal désaimanté au préalable ou amené dans un état d'aimantation déterminé, par application d'un champ magnétique. Sous cette rubrique, nous grouperons les observations relatives à la taille des domaines obtenus sur les divers fers pour une orientation cristalline donnée et pour des grosseurs de grains différentes.

2) D'autre part, les observations « dynamiques » concernant plus particulièrement les déplacements de parois de Bloch et toutes les modifications de l'aimantation, observables directement sous le microscope.

A) Observation statique des domaines de Weiss.

1) Rappel de quelques notions théoriques.

Nous envisageons, en premier lieu, le cas du matériau désaimanté. On sait que la subdivision d'un matériau ferromagnétique en domaines est alors telle que la loi de l'énergie libre minimale soit satisfaite.

L'énergie libre totale comprend :

- l'énergie de chaque domaine, fonction de l'anisotropie cristalline, de l'état de tension du métal, et de l'énergie de champ démagnétisant;
- l'énergie liée à l'existence des parois de Bloch, régions de transition entre domaines d'aimantation orientée différemment;
- l'énergie globale de désaimantation.

D'une manière générale, outre les propriétés intrinsèques du matériau étudié (constante d'anisotropie cristalline K , coefficient de magnétostriction λ) d'autres facteurs ne peuvent être écartés. Il s'agira, par exemple, de la forme, de l'orientation du plan de surface, des dimensions et de l'ensemble des traitements thermiques et magnétiques subis par la substance. Aussi, dans notre travail, avons-nous cherché, autant que possible, à conserver tous les paramètres constants à l'exception d'un seul, ce qui permet d'obtenir des informations sur l'influence de ce facteur.

2) Aspect général des figures de Bitter.

Les figures 3, 4, 5 représentent les structures de domaines observés sur les trois nuances fondamentales de fer étudiées : fer armco, fer électrolytique et fer de zone fondue. Sauf indications spéciales, nous avons volontairement rapporté la comparaison à des cristaux dont le plan (100) est sensiblement confondu avec la surface de l'éprouvette (fig. 4). Cette dernière est généralement épaisse de 200 à 300 μm . Dans certains cas, le plan de surface est un plan (110) (fig. 3 et 5). Ici encore la morphologie des domaines, très simple puisque seulement constituée de domaines principaux séparés par des parois à 180° , est susceptible d'une interprétation plus aisée.

Rappelons que l'on désigne par l'expression « paroi à 180° » la zone de séparation entre deux domaines voisins dont les aimantations sont antiparallèles. La lar-



Fig. 5. — Fer de zone fondue. Plan voisin de (110).
(Réduction de 1/9 environ à la reproduction).

geur de cette zone, conventionnellement fixée à 200 ou 300 Å dans le cas du fer, correspond à l'évolution progressive du vecteur aimantation d'une direction à la direction antiparallèle. Une définition analogue concerne les parois à 90° .

Quand il s'agit d'un plan (100) comme plan de surface, l'aspect caractéristique des domaines de fermeture, en forme d'arbre, apparaissant de part et d'autre des parois à 180° , indique que la désorientation du plan de surface et du plan (100) n'excède pas 1 à 2° . Ceci est très important car dans les paragraphes suivants, les résultats relatifs aux dimensions de domaines se-

ront toujours rapportés aux domaines principaux, caractéristiques du matériau, dont les parois à 180° sont aisément visibles; les domaines de fermeture, en revanche, liés surtout aux désorientations de la surface vis-à-vis du plan (100) ne sont pas spécifiques du métal. Il s'agit là de structures de surface qui, pour des désorientations supérieures à quelques degrés, masquent complètement la structure fondamentale.

D'une manière qualitative, on peut constater l'influence très marquée de la pureté sur la netteté des structures observées.

Dans le fer armco ordinaire, recuit sous vide, on observe très rarement des amorces de parois, le plus souvent mal révélées.

Le fer armco purifié longuement (plusieurs jours) par recuit sous hydrogène à 850°C donne parfois des structures mieux définies, mais encore très variables d'un cristal à l'autre.

Le fer électrolytique possède un degré de pureté élevé par rapport au fer armco, donne encore des aspects assez complexes. Les figures de Bitter, parfois nettes dans certaines plages, seront très perturbées dans d'autres. En particulier, la figure 6 montre l'allure d'une paroi à 180° A B, théoriquement droite, qui en fait, se présente en escalier et épouse vraisemblablement un certain nombre de défauts du métal. L'orientation du grain est voisine de (100).

Le fer électrolytique fondu sous hydrogène possède un réseau amélioré, ce qui se traduit par des figures de Bitter aux limites assez nettes et par des parois beaucoup plus linéaires : AB, CD, par exemple, sur la figure 7, pour un cristal d'orientation voisine de (100).



Fig. 6. — Fer électrolytique. Noter la paroi AB, en escalier, suivant un certain nombre de piqûres (plan voisin de (100)).

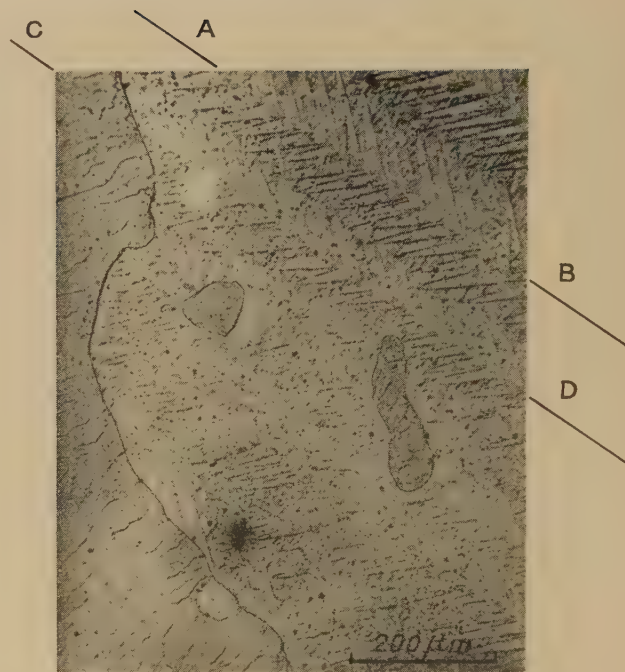


Fig. 7. — Fer électrolytique fondu. Les paroi AB et CD sont sensiblement parallèles (plan voisin de (100)).

Enfin, le fer de zone fondue, permet, dans tous les cas, de faire des observations excellentes. Les parois sont parfaitement linéaires et les structures, très régulières, se traduisent par un espacement quasi constant des parois à l'intérieur d'un grain.

La figure 8 est relative à un grain d'orientation voisine de (110).

La figure 9 montre un arrangement de parois à 180° et de parois à 90° , limitant un domaine ABCD en forme de losange.

Même dans le cas de cristaux d'orientations beaucoup plus complexes, l'aspect des figures est encore parfaitement résolu.

La figure 10 est relative à un plan d'indices assez élevés.

La figure 11, relative à du fer de zone fondue faiblement carburé, fait apparaître l'extrême confusion des figures de Bitter, en tous points analogues à celles obtenues sur le fer armco faiblement purifié.



Fig. 8. — Fer de zone fondue. Espacement très régulier des parois à 180° (plan voisin de (110)).

3) Interprétation de ces observations.

La perfection du réseau cristallin est l'un des éléments fondamentaux de la qualité d'un matériau ferromagnétique doux.

On sait que l'on peut détériorer la régularité de la structure par création de défauts ou par addition d'atomes étrangers dans le réseau idéal.

L'écrouissage et la trempe seront responsables de l'existence de défauts ponctuels, ou linéaires comme les lacunes et les dislocations. De leur côté les impuretés agiront, comme on sait, différemment suivant leur diamètre atomique et leur nature. C'est ainsi que les éléments susceptibles d'exister en substitution auront, dans le domaine des très faibles teneurs, une action très limitée.

Au contraire, les métalloïdes, qui peuvent pénétrer aisément en insertion dans le fer α , créeront dans leur voisinage des distorsions et des tensions telles que la qualité

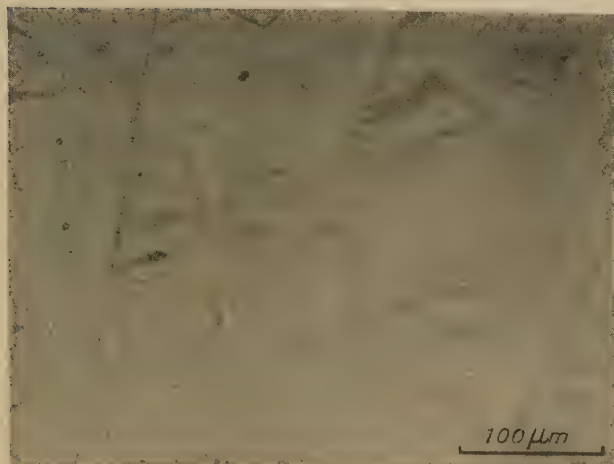


Fig. 9. — Ensemble de domaines observés fréquemment sur le métal de zone fondue. *AB* et *CD* : parois à 90° ; *BC* et *DA* : parois à 180° . Schéma explicatif. Plan (100).

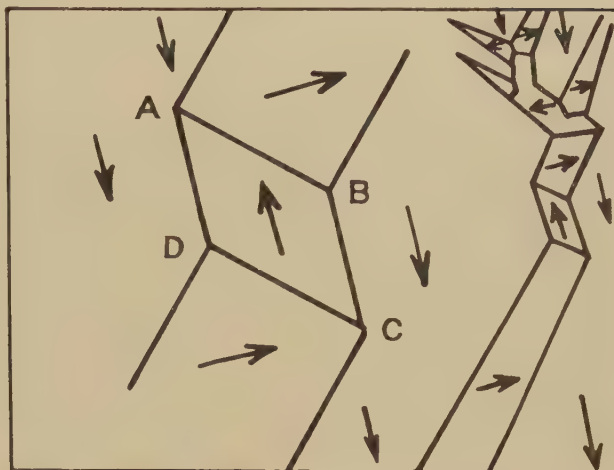


Fig. 9.



CI-CONTRE :

Fig. 10. — Fer de zone fondue. Plan d'indices assez élevés. Structure complexe des domaines.



Fig. 11. — Fer de zone fondue contenant plus de $200 \cdot 10^{-6}$ de C. Noter les parois mal formées et sinueuses et la présence de précipités intergranulaires.



Fig. 12. — Fer armco. Aspect d'une paroi au voisinage d'un défaut de surface.

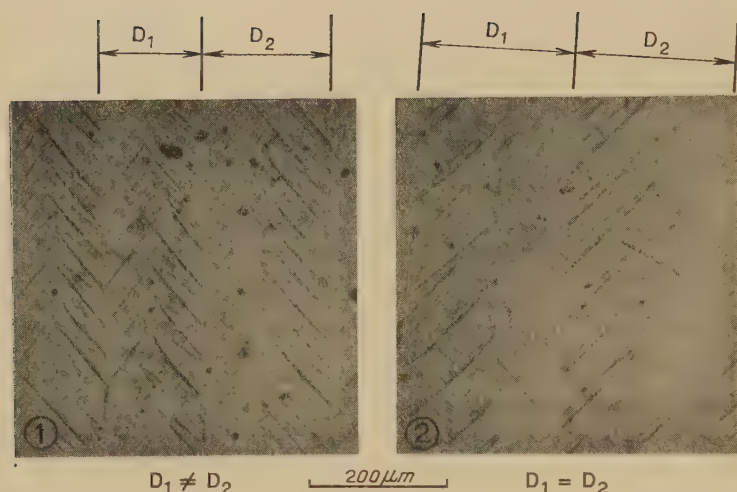


Fig. 13. — 1) Fer électrolytique. Noter la largeur variable des domaines principaux. ($D_1 \neq D_2$).

2) Fer de zone fondue. Noter la largeur sensiblement constante des domaines principaux ($D_1 = D_2$).

du réseau sera rapidement altérée. On connaît en particulier l'action néfaste du carbone, de l'azote, de l'oxygène sur les performances magnétiques du fer. Ces éléments, formant de fins amas de cémentite ou de nitrure par précipitation, sont alors responsables du manque d'homogénéité du matériau.

Selon L. Néel (9), outre les énergies classiques liées à l'anisotropie cristalline ou élastique, il faut tenir compte, dans toute étude de répartition de l'aimantation spontanée — c'est-à-dire de structures en domaines de Weiss — d'une forme d'énergie liée à la présence de charges magnétiques libres. Il s'agit d'une énergie magnétostatique.

Dans un milieu irrégulièrement perturbé, tel que le réseau du fer armco ou du fer de zone fondue carburé, l'aimantation spontanée à l'intérieur des domaines est soumise à des fluctuations en direction (tensions internes distribuées sans régularité) et en intensité (défauts du réseau, inclusions non magnétiques). Les parois se disposent alors de telle sorte qu'il y ait compensation de ces pôles magnétiques, en traversant le maximum de défauts.

Il se forme, autour des inclusions, certains domaines étroits, allongés, les « piques » de Néel. Ainsi la figure 12, montre l'aspect d'une paroi au voisinage d'un défaut de surface sur un cristal de fer armco. Comme le montre la figure 6, une paroi, tributaire d'un grand nombre de défauts, ne tendra vers sa forme linéaire idéale que dans le cas d'un matériau de haute pureté (fig. 8).

D'autre part, les champs de dispersion créés par les imperfections deviennent de plus en plus faibles quand la pureté physique et chimique du cristal augmente.

L'énergie magnétocristalline, forte dans le fer, devient donc l'un des facteurs primordiaux quand le métal est très pur. Il en résulte que les figures de Bitter appa-

raissent en quelques secondes sur le fer de zone fondue; par contre, avec du fer électrolytique ou du fer armco purifié, il faut attendre un temps de l'ordre de plusieurs minutes pour obtenir des figures d'une netteté moins grande. Rappelons simplement la régularité géométrique de la disposition des parois sur la figure 9.

4) Etude de la taille des domaines de Weiss, en fonction de la grosseur de grain, pour des fers de diverses puretés.

Cette étude nécessite :

- a) La préparation d'éprouvettes à grosseur de grain comprise dans d'assez larges limites (0,005 cm à 0,5 cm).
- b) Le choix des paramètres.

a) Préparation d'éprouvettes à gros grain.

En ce qui concerne le fer Armco, après un recuit préliminaire de 2 heures à 950 °C sous hydrogène, suivi d'un écrouissage de 3 %, le recuit de recristallisation (2 jours sous hydrogène à 850 °C) conduit à des grains pouvant atteindre plusieurs cm^2 . Nous nous limiterons, en pratique, aux grains n'excédant pas 1 cm^2 .

Dans le cas du fer électrolytique et du fer de zone fondue, on procède à une pré-carburation à 0,036 % C avant d'écrouir à 3 %. Un recuit de recristallisation de 2 jours à 850 °C sous hydrogène associe ensuite les processus d'élimination du carbone, de recristallisation et de croissance de grain. On évite ainsi la polygonisation (7).

b) Choix des paramètres et résultats.

Nos observations se rapporteront toujours à des cristaux dont les figures de Bitter sont caractéristiques d'une orientation voisine de (100) : parois à 180° sur lesquelles se forment les domaines de fermeture en « arbres ». Comme nous l'avons déjà souligné, on atteint ainsi la structure interne du matériau en domaines principaux séparés par des parois à 180° (plus rarement, on observe des parois à 90°) (10).

La grosseur de grain est rapportée à la longueur L mesurée dans la direction de l'aimantation, c'est-à-dire [100]. La taille des domaines est définie par la distance D séparant deux parois à 180° consécutives. La figure 13 illustre cette définition du paramètre D utilisé et donne les structures observées sur deux cristaux de fer de zone fondue et de fer électrolytique au même grossissement.

La préparation des éprouvettes nécessite le plus grand soin. Après refroidissement lent au four, les échantillons épais de 200 à 300 μm sont désaimantés par application d'un champ alternatif à 50 périodes, d'amplitude décroissante.

La figure 14 groupe les résultats obtenus. Ces mesures, relatives à un très grand nombre de cristaux, ne donnent de résultats précis que dans le cas du matériau le plus

pur. Pour les raisons invoquées dans le paragraphe précédent, il est difficile d'obtenir un ensemble de domaines bien définis dans un grain donné de fer électrolytique ou de fer armco. La dispersion des largeurs de domaines est souvent grande (du simple ou double) même si l'on se borne à ne considérer que les cristaux les plus réguliers.

Au contraire, la netteté des parois, la finesse et la régularité des structures observables sur le fer de zone fondue, même dans la région des très faibles grosseurs de grain, conduisent à l'obtention d'une courbe expérimentale, d'allure parabolique. La comparaison des courbes (I), (II), (III) montre, sur la figure 14 qu'à

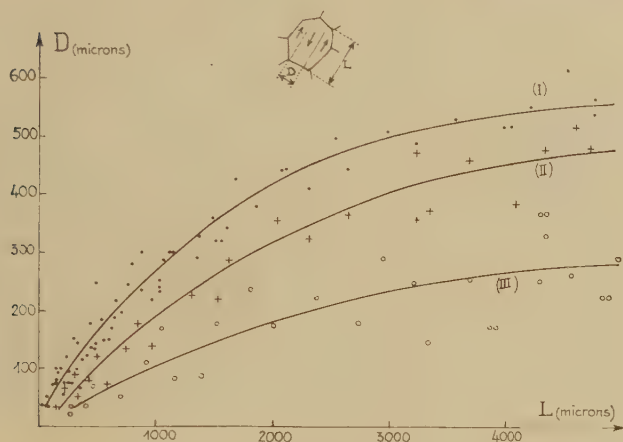


Fig. 14. — (I) Fer de zone fondue. — (II) Fer électrolytique. — (III) Fer armco.

grosseur de grain égale, le matériau de zone fondue présente les domaines les plus larges.

La courbe (I) est à rapprocher des expressions conduisant à une configuration stable des domaines de Weiss (11-12). A l'état désaimanté, Bozorth a pu montrer qu'une relation du type $D = K\sqrt{L}$ convenait au modèle de cristal choisi dans nos mesures (plan (100) comme plan de surface); K est une constante tenant compte du module de Young du matériau et de la constante de magnétostriction.

Les écarts de la courbe moyenne par rapport aux points expérimentaux peuvent avoir deux sources fondamentales comme l'ont pensé Bloor et Martin (12).

- d'une part, la longueur effective d'un grain n'est pas toujours celle révélée en surface. Ceci est surtout valable dans le cas d'éprouvettes épaisses.

- d'autre part, à l'intérieur de chaque grain, il est difficile de retrouver exactement la même structure magnétique, après des traitements répétés de désaimantation. En effet, la germination et la croissance des domaines ne sont pas absolument réversibles. Dans le fer armco et même dans le fer électrolytique aimantés puis désaimantés, les domaines secondaires ne sont pas nécessairement les mêmes. Ajoutons à

cela la matérialisation difficile des parois de Bloch pour ces deux dernières nuances de fer.

Cependant, dans le cas du fer de zone fondue, nous obtenons toujours la même structure en domaines principaux.

En ce qui concerne la différence de taille existant entre les domaines de Weiss dans des fers de différentes puretés, on peut donner l'interprétation suivante : l'acroissement d'énergie magnétostatique, lié à l'existence de zones d'imperfections cristallines ou de tensions internes créées par des teneurs élevées en impuretés, est équilibré, dans un volume donné, par la formation d'un plus grand nombre de parois se disposant de manière à couper le maximum de défauts ou de précités fins. De cette manière, on aboutit à une configuration présentant un minimum d'énergie libre. Le fer de zone fondue, présentant pour sa part, le minimum de défauts dans la gamme des fers étudiés, possède des domaines atteignant des dimensions optima très élevées. On obtient fréquemment des dimensions de $400 \mu\text{m}$ pour des cristaux de 1 cm^2 . Nous avons même observé, dans le cas de cristaux épais et très réguliers, des largeurs de $750 \mu\text{m}$. Dans les mêmes conditions, le fer électrolytique donne des domaines ne dépassant guère $300 \mu\text{m}$.

5) Observations des domaines de Weiss au cours de l'aimantation.

Ces observations se rapportent aux configurations de domaines apparaissant sous champ magnétique. Elles seront suivies d'une étude « dynamique », sous le microscope, des déplacements de parois dans les divers fers.

Le schéma ci-contre (fig. 15) représente le circuit magnétique utilisé dans le cas d'échantillons se présentant sous forme de plaquettes ou de couronnes plates.

Dans le premier cas, on s'efforce, autant que possible, de fermer le circuit magnétique pour éviter une désaimantation importante en bouts de plaquette.

La bobine servant à aimanter l'échantillon sous l'objectif du microscope permet d'atteindre quelques dizaines d'oersteds. En pratique, nous nous limiterons aux champs

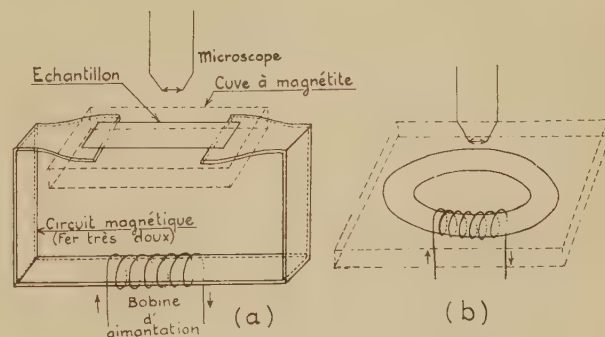


Fig. 15. — Dispositif d'étude, sous le microscope, des déplacements de parois sous champ magnétique.

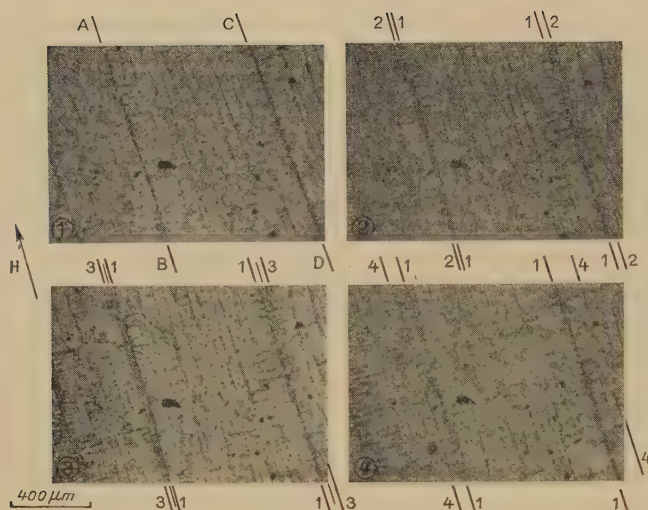


Fig. 16. — Fer de zone fondue. — 1. Métal désaimanté; 2, 3, 4. Métal soumis à un champ de 0,1, 0,15 et 0,2 œrsted. Les parois à 180° AB et CD occupent successivement les positions 11, 22, 33 et 44.

relativement faibles (quelques oersteds) de manière à étudier les premiers stades de l'aimantation qui se traduisent par une prédominance des déplacements de parois par rapport aux rotations de la direction de l'aimantation.

Il s'agira ici d'observations « statiques » c'est-à-dire effectuées sous champ magnétique constant au cours de l'essai. Un film présentera les aspects des déplacements de parois en fonction de la pureté du fer.

Les quelques micrographies suivantes (fig. 16) illustrent les observations habituelles sur le fer de zone fondue.

D'une manière générale, on fait les remarques suivantes :

a) L'importance des modifications de structure magnétique pour un champ donné est une fonction directe de la pureté.

Dans les champs aussi faibles que 0,1 et 0,2 oersted (fig. 16), on peut noter des sauts de parois considérables, dans le cas du fer de zone fondue (une dizaine de microns sur des cristaux de $0,2$ à $0,3 \text{ cm}^2$).

En revanche, l'application de champs beaucoup plus élevés à des éprouvettes de fer électrolytique et de fer armco conduit à des résultats moins nets : un champ d'une dizaine d'oersteds provoque un déplacement moyen de quelques microns seulement.

b) Le mode de déplacement des parois dépend étroitement de l'état de perfection du réseau.

Tandis qu'une modification de l'état d'aimantation se traduit par un déplacement en bloc des parois rectilignes dans le fer de zone fondue (fig. 16), on observe au contraire un morcellement et une incurvation des parois dans un métal de pureté moindre (fig. 17). On peut d'ailleurs, dans ce dernier cas, mettre en évidence des points d'ancrage constitués par exemple par des piqûres de polissage apparaissant en surface.

Une paroi occupe une position d'équilibre stable quand elle coupe le maximum de défauts. On sait alors que l'énergie de désaimantation des défauts traversés est la plus faible. Quand, par application d'un champ magnétique, on modifie l'aimantation, les parois d'un matériau impur s'incurvent, car elles sont fortement ancrées en ces points de fixation.

Dans le réseau d'un métal de pureté moyenne, toutes les zones de tension, résultant par exemple de la présence de fines précipitations, seront autant de régions où la position d'équilibre d'une paroi sera stable. Quand on voudra déplacer la paroi en dehors de ces zones, il faudra appliquer des champs beaucoup plus élevés que dans le cas d'un matériau de haute pureté.

Nous retrouvons micrographiquement les données des courbes d'aimantation dont l'allure est en relation directe avec la perfection du réseau cristallin.

Dans les champs très faibles, de rapides variations d'aimantation correspondent aux déplacements de parois importants mis en évidence dans le fer de zone fondue. Au contraire, dans le fer électrolytique, le nombre d'obstacles croissant limite l'amplitude des sauts et la pente de la courbe d'aimantation est plus faible. Enfin, dans le cas du fer armco, même purifié sous hydrogène, les déplacements, le plus souvent incohérents, sont une preuve de l'imperfection du réseau.

Nous avons fait quelques observations dans des champs assez élevés et l'on peut penser que les états d'aimantation obtenus sont proches de la saturation. Sur la figure 18, la photo n° 2 est obtenue pour un champ de 40 oersteds. En supprimant le champ on observe alors la structure correspondant à la rémanence. On constate, en général, une grande similitude entre la structure proche de la saturation (photo 2) et la structure de rémanence (photo 3), dans le matériau de zone fondue.

Dans le fer électrolytique, les différences de structures entre la saturation et la rémanence sont plus marquées que précédemment.

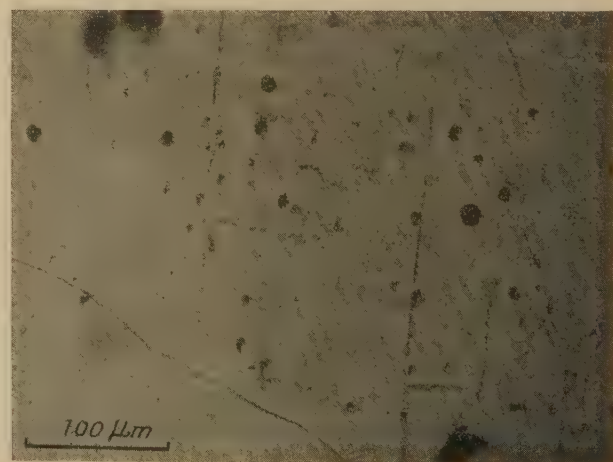


Fig. 17. — Fer de zone fondue carburé. Noter les points d'ancrage des parois constitués par des piqûres.

Ces observations semblent en bon accord avec les théories concernant la germination et la croissance de domaines d'aimantation inverse, à partir de la saturation, pour des champs décroissants.

Cette germination est favorisée par la présence d'un grand nombre de défauts réticulaires, précipités ou piqûres (13). On peut donc concevoir une germination plus difficile dans un matériau très pur, ce qui se traduirait par une valeur d'aimantation rémanente plus forte que dans un fer impur. Nous constaterons effectivement dans le chapitre suivant que la rémanence est plus élevée dans le fer de zone fondue. La structure correspondante est alors voisine de celle de la saturation.

dant pas quelques mOe, on peut faire déplacer réversiblement une paroi : par suppression du champ, la paroi reprend sa position de départ.

Au contraire, pour des champs plus élevés, la paroi saute brutalement à une nouvelle position d'équilibre et ne revient jamais à sa position initiale quand le champ est supprimé. Ce phénomène de déplacement irréversible traduit l'existence des discontinuités de Barkhausen, dont l'amplitude est très grande dans le fer de zone fondue, même aux grossissements moyens (200 à 300), alors qu'elle demeure très faible dans le fer armco purifié. Les quelques séquences du film illustrent ce comportement différent de matériaux dont la composition est variable.

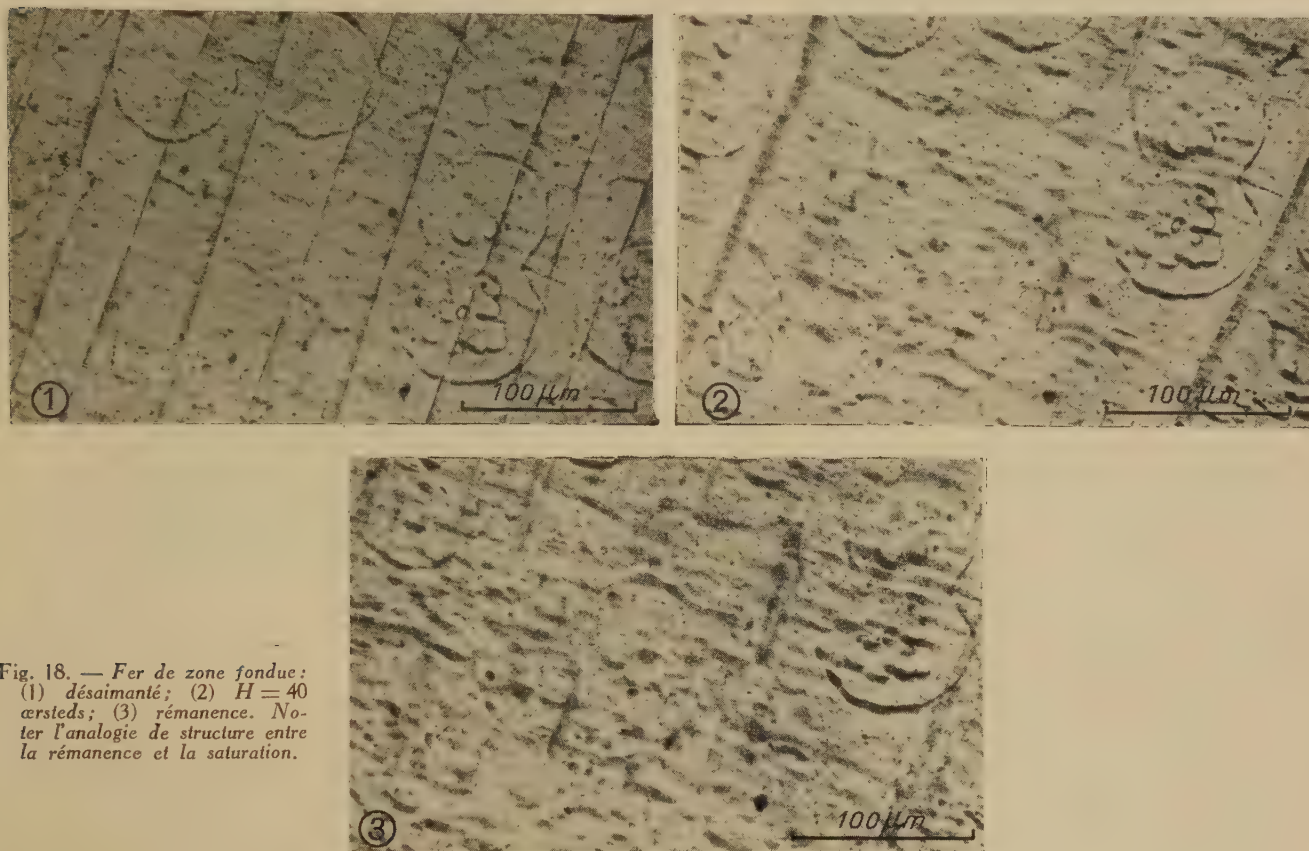


Fig. 18. — Fer de zone fondue : (1) désaimanté; (2) $H = 40$ œrsted; (3) rémanence. Noter l'analogie de structure entre la rémanence et la saturation.

B) Observations dynamiques des sauts de parois.

Elles illustrent les processus d'aimantation désormais classiques : déplacements de parois ou modifications de la direction d'aimantation.

Sur le fer de zone fondue, il est possible d'observer la partie réversible et la partie irréversible des déplacements de parois, par variation continue et très faible du champ d'aimantation.

En effet, jusqu'à une certaine valeur du champ n'excé-

C) Observations relatives au métal polygonisé.

Le traitement de polygonisation du fer consiste à déformer faiblement le métal recristallisé et à effectuer un recuit ultérieur. On constate alors qu'un métal de très haute pureté ne recristallise pas mais donne naissance, au sein des grains recristallisés initiaux, à un ensemble de sous-grains, de haute qualité cristallographique, séparés par des sous-joints. Cet état de structure constitue la polygonisation.



Fig. 19. — Fer de zone fondue polygonisé.
Plan voisin de (100).

Nous avons appliqué le traitement de polygonisation suivant :

la couronne est portée quelques heures à 930 °C — c'est-à-dire dans le domaine γ — puis recuite 12 heures à 880 °C et refroidie ensuite lentement. Le passage du point de transformation ($\gamma \rightarrow \alpha$) suffit à produire un état de tension qui entraîne la polygonisation du métal.

Une attaque au picral (2 à 3 % d'acide picrique dans l'alcool) révèle les sous-joints de polygonisation. L'observation des figures de Bitter sur métal polygonisé conduit aux remarques suivantes :

1) Les parois de domaines, sur le métal désaimanté, ne subissent pas de perturbations visibles au microscope optique : il n'y a pas de changement de direction apparent de la paroi au passage des sous-joints.

La figure 19 relative aux domaines de fermeture formés sur un plan (100) d'un cristal polygonisé de fer de zone fondue traduit cette constatation.

La figure 20 illustre les profondes modifications de la structure des domaines au passage d'un joint de grain et au contraire la continuité des parois au passage des sous-joints.

2) Les déplacements de parois se produisent d'une manière très régulière, ne paraissant pas troublés par l'existence des sous-joints.

En effet, la désorientation entre sous-blocs voisins est très faible dans le cas du fer, aussi deux sous-grains ne peuvent-ils être comparables à deux grains contigus, même si la désorientation entre ces derniers est faible.

En conclusion, au cours de cette étude micrographique des figures de Bitter sur des fers de différentes puretés

nous avons pu montrer la dépendance étroite des structures magnétiques vis-à-vis du degré de perfection cristallographique du métal. En particulier, les observations sur le fer de zone fondue conduisent à la mise en évidence de domaines de grandes dimensions, présentant une grande régularité. Nous avons montré que la relation entre la largeur moyenne des domaines et la grosseur de grain dépendait de la pureté du matériau. Enfin, les observations dynamiques relatives aux déplacements de parois mettent en relief le rôle des défauts sur les modi-

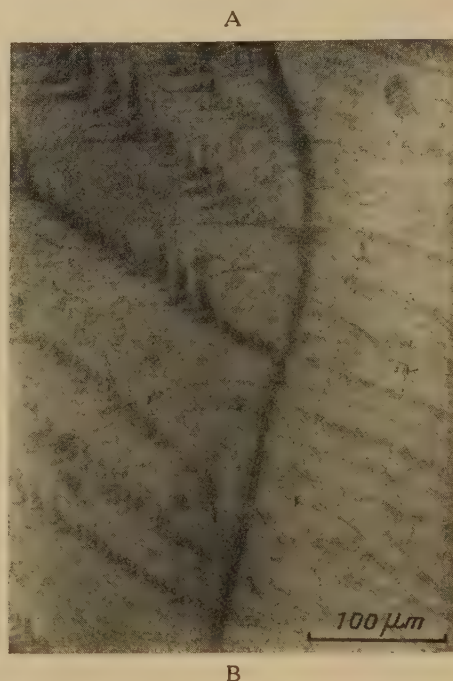


Fig. 20. — Fer de zone fondue polygonisé. AB : joint de grain.

fications de l'aimantation. Dans un métal de haute pureté, les déplacements sont homogènes sur toute la longueur d'une paroi, en revanche, sur un métal moins pur, apparaissent des incurvations ou des morcellements de la paroi, au cours de sa migration. Les points d'ancrage, impuretés sous forme de précipités ou défauts réticulaires, tendent à bloquer les parois, à limiter leurs déplacements et réduisent fortement l'amplitude des discontinuités de l'aimantation.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) W. C. ELMORE. — *Phys. Rev.*, **54** (1938), 309.
- (2) D. J. CRAIK et P. M. GRIFFITHS. — *British J. Appl. Phys.*, **9** (1958), 279.
- (3) J. Ph. BERGE. — Thèse Paris (1960).
- (4) J. BARDOLLE. — *C.R. Acad. Sci. France*, **238** (1954), 1416-18.

- (5) H. W. FULLER et M. E. HALE. — *J. Appl. Phys.*, **31** (1960), 238.
- (6) C. MESSEGER. — Thèse Paris (1961).
P. MORGAND — *C.R. Acad. Sci. France*, **252** (1961), 3580-82.
- (7) J. TALBOT. — Thèse Paris (1955).
- (8) J. TALBOT, Ph. ALBERT et G. CHAUDRON. — *C.R. Acad. Sci. France*, **244** (1957), 1577.
- (9) L. NÉEL. — *Ann. Univ. Grenoble*, **22** (1946), 299.
Physica, **15** (1949), 225.
Bull. Soc. Fr. Electriciens, **9** (1949), 308.
- (10) F. DABOSI et J. TALBOT. — *C.R. Acad. Sci. France*, **251** (1960), 2933.
F. DABOSI. — *C.R. Acad. Sci. France*, **253** (1961).
- (11) H. J. WILLIAMS, R. M. BOZORTH et W. SHOCKLEY. — *Phys. Rev.*, **75**, 1, (1949), 155.
R. M. BOZORTH. — Colloque Ferromagnétisme, Grenoble (1950), Publication C.N.R.S., p. 160.
- (12) D. BLOOR et D. H. MARTIN. — *Proc. Phys. Soc.*, **73** (1959), 694.
- (13) K. HOSELTZ. — *Ferromagnetic Properties of Metals and Alloys*, Clarendon Press, Oxford (1952).
L. NÉEL. — *Annales Univ. Grenoble*, **22** (1946), 299.

CHAPITRE II

INFLUENCE DE LA PURETÉ SUR LES CARACTÉRISTIQUES MAGNÉTIQUES DU FER

L'incidence de la concentration en impuretés sur les propriétés magnétiques du fer constitue l'objet de ce chapitre. Nous disposons, pour cette étude, de trois méthodes de mesures, chacune adaptée à l'étude d'un domaine particulier de la courbe d'aimantation.

Il s'agit essentiellement d'un magnétomètre astatique à fils; d'un fluxmètre très sensible qui, associé à un perméamètre à bobines démontables, permet l'emploi de couronnes à section rectangulaire; enfin d'un Pont de Maxwell de haute sensibilité qui, dans les champs alternatifs faibles, nous a permis d'étudier aussi bien les fils et tiges utilisés au magnétomètre que les couronnes destinées au fluxmètre.

Nous avons tout d'abord construit un magnétomètre astatique d'après le modèle réalisé par Thellier à l'Observatoire de St Maur. Nous avons adapté ce montage — initialement conçu pour l'étude des substances faiblement magnétiques — à la détermination de la courbe de première aimantation et du cycle d'hystérésis décrit très lentement.

L'emploi d'un fluxmètre et d'un perméamètre à bobines démontables (deux enroulements) nous a permis d'opérer sur des couronnes de diverses épaisseurs dont la structure magnétique est connue simultanément par observation des figures de Bitter. Outre l'étude comparée des propriétés de fers de différentes puretés, nous nous sommes attaché à préciser l'influence de la dimension des domaines de Weiss sur les propriétés magnétiques d'éprouvettes de différentes épaisseurs. A cet effet, nous avons mis au point une technique d'amincissement électrolytique des couronnes.

Dans les champs alternatifs faibles, l'étude de l'aimantation et de la perméabilité a fait l'objet des mesures au pont de Maxwell. L'obtention de la droite de Rayleigh qui, dans les champs faibles, relie linéairement la perméabilité au champ magnétique, nous a conduit à la détermination de ses coefficients. La valeur de ces derniers constitue un critère de pureté et définit l'importance des déplacements réversibles et irréversibles des parois dans les champs faibles.

Par la technique du pont de Maxwell, il est possible

de procéder à la séparation des pertes par hystérésis et par courants de Foucault.

Nous rappellerons d'abord le principe, la réalisation et les possibilités de chaque montage, puis nous donnerons l'ensemble des résultats.

I. — MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

A) Magnétomètre astatique.

La figure 21 schématise le montage qui comporte essentiellement un tube magnétométrique T et deux longues bobines identiques S et S', dans l'une desquelles sera placée la tige étudiée. Le système mobile de T comprend 3 aimants horizontaux — l'aimant central A, de moment $2m$ étant placé à 180° des deux autres aimants B et B' de moment m , chacun, fixés sur une tige de verre très légère. L'ensemble est suspendu à un fil sans torsion. M est un miroir solidaire du système des aimants. Deux bobines de Helmholtz b et b' permettent d'exercer sur l'aimant central A un couple de rappel bien défini; la rotation de A sous l'action de l'échantillon peut ainsi être réglée à une valeur convenable.

Nous passerons sous silence les divers systèmes de compensation dont le détail est exposé dans un mémoire antérieur (1).

Principe de la mesure : l'échantillon, sous forme de tige, est placé dans le champ continu H créé par S. Il se comporte comme un aimant portant à ses extrémités une distribution superficielle de charges de densité $\sigma = \mathcal{J}$. $\mathcal{J}$ est l'intensité d'aimantation correspondant à la valeur H du champ. L'une des extrémités se trouvant vis-à-vis de l'aimant A, il en résulte pour le système des aimants une rotation θ' telle que $\text{tg } \theta' = K' \mathcal{J} / K'$ est une constante d'étalonnage de l'appareil.

Finalement, connaissant $\mathcal{J}$ en fonction de H, on peut tracer la courbe de première aimantation puis le cycle d'hystérésis. Il faut tenir compte du champ démagnéti-

sant $\Delta H = DJ$, D étant le facteur démagnétisant donné dans les tables de constantes (2) en fonction du rapport $L/\varnothing$ de la longueur au diamètre $\varnothing$ de la tige (fig. 22). La courbe d'aimantation est alors $J = f(H)$.

On peut procéder à l'enregistrement photographique des courbes d'aimantation. La déviation θ' (proportionnelle à J) est transformée en déviation verticale équivalente après traversée du prisme de Lissajous L (fig. 23).

La rotation θ du miroir m' d'un galvanomètre shunté en série avec S et S' est alors proportionnelle au champ créé par S . L'adjonction d'un système de rhéostat-inverseur permet de décrire la courbe (C) et le cycle d'hystérésis en quelques minutes.

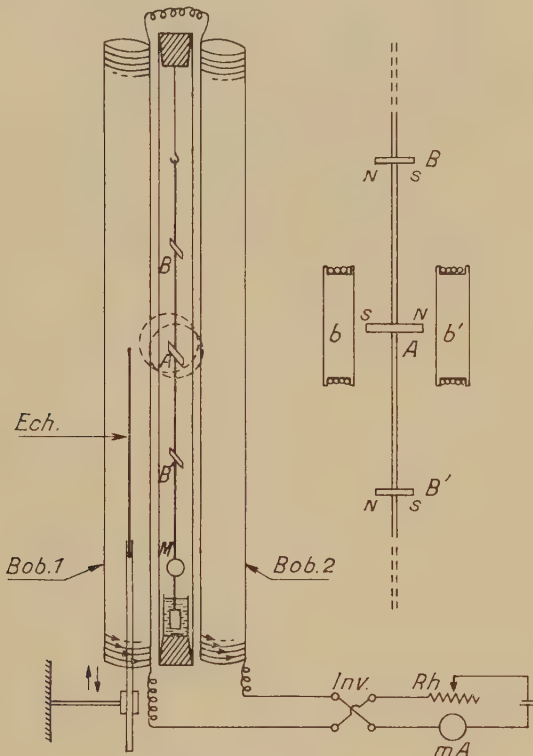


Fig. 21. — Schéma du magnétomètre.

B) Fluxmètre et perméamètre à bobines démontables.

Le schéma de la figure 24 rappelle la disposition des principaux éléments du circuit classique du fluxmètre. On utilise une bobine démontable à deux enroulements qui se comporte alors comme un transformateur dont l'échantillon constitue le noyau.

Le tracé de la courbe d'aimantation — lieu des points sommets des cycles d'hystérésis (méthode de Rowland) — s'obtient en notant pour des valeurs croissantes de la variation ΔH du champ entre deux valeurs égales et opposées, les variations correspondantes ΔB de l'induction.

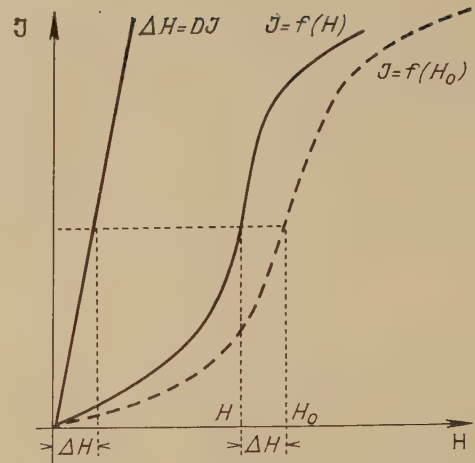


Fig. 22. — Correction de champ démagnétisant ΔH .
 $J = f(H_0)$: courbe brute.
 $J = f(H)$: courbe corrigée.

L'emploi d'un perméamètre à bobines démontables garantit la reproductibilité optima des résultats et réalise un couplage étroit entre l'échantillon et le circuit électrique. L'usage d'échantillons sous forme de tores (circuits magnétiques fermés) élimine les corrections de champ démagnétisant.

C) Pont de Maxwell. Mesure de la perméabilité dans les champs alternatifs faibles.

Par l'emploi d'un perméamètre à un seul enroulement, on mesure la self-inductance L_0 de la bobine sans échantillon puis L_1 avec échantillon. La bobine constitue l'un

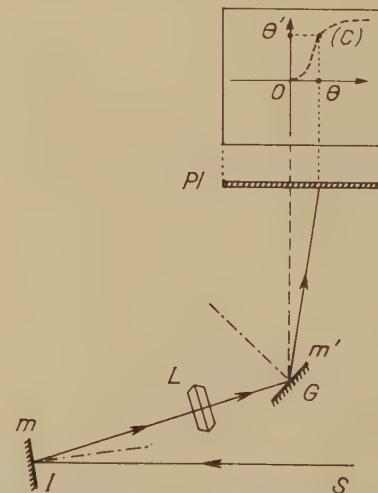


Fig. 23. — Principe de l'enregistrement photographique des courbes $J = f(H)$.

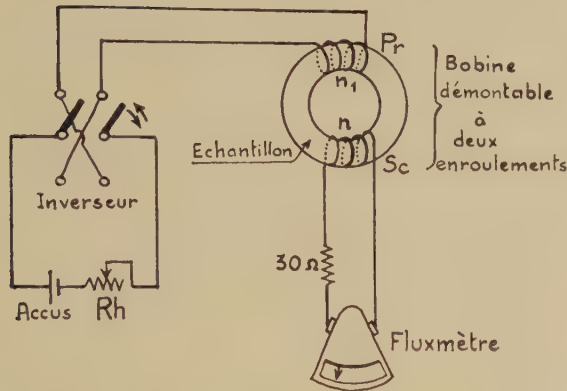


Fig. 24. — Schéma du montage utilisant le fluxmètre.

des bras du pont de Maxwell utilisé (4). Le montage, schématisé sur la figure 25, comprend deux bras opposés P et Q constitués de résistances fixes; le bras inconnu, d'impédance Z — bobine démontable à 1 enroulement pour les couronnes ou solénoïde pour les fils — et enfin le bras étalon comportant en parallèle une résistance R et une capacité C variables. Ce pont fonctionne entre 0,3 et 100 KHz. Le bras Q, constitué par la résistance fixe du filament d'un thermocouple permet de mesurer l'intensité efficace du courant circulant dans la bobine, et par suite, de connaître, à l'équilibre, la valeur du champ magnétique appliqué à l'échantillon.

Principe des mesures en courant alternatif.

Dans les champs alternatifs faibles, de fréquence angulaire ω , un matériau ferromagnétique est le siège de pertes qui créent un déphasage α entre l'induction et le champ. On est amené à considérer la perméabilité com-

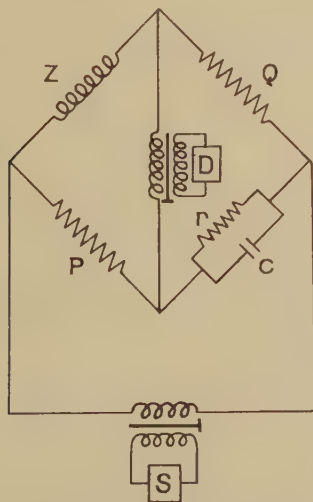


Fig. 25. — Schéma du pont de Maxwell.

plexe $\mu = \mu_1 - j\mu_2$ dont les deux termes μ_1 et μ_2 se déduisent des mesures au pont de Maxwell. Le détail des calculs est exposé dans des publications antérieures. Nous retiendrons les expressions des résultats :

$$\mu_1 = K (C - C_0) = K\Delta C$$

$$\mu_2 = K \frac{R - R_0}{\omega R R_0} = K \frac{\Delta R}{\omega R R_0}$$

$$\tan \alpha = \frac{\mu_2}{\mu_1} = \frac{\Delta R}{\omega R R_0 \Delta C}$$

C, C_0 , R, R_0 sont respectivement la capacité et la résistance de la bobine avec et sans échantillon.

Séparation des pertes.

Il s'agit essentiellement :

1) *Pertes par hystérésis*, liées à l'amplitude du champ. Elles se déterminent pour des fréquences f de mesure très faibles. On montre alors que :

$$\mu_1 = \mu_i + \nu H_1$$

$$\mu_2 = \frac{4}{3\pi} \nu H_1$$

En l'absence de pertes par courants de Foucault ($f = 0$), pour des amplitudes de champ suffisamment faibles, la courbe représentative $\mu_1 (H)_{f=0}$ est une droite, appelée droite de Rayleigh, de pente ν et d'ordonnée à l'origine μ_i . μ_i est appelée perméabilité initiale et correspond à la partie réversible de l'aimantation tandis que ν caractérise les pertes par hystérésis, de nature irréversible. Les valeurs des paramètres μ_i , ν et ν/μ_i rendent compte des déplacements de parois et sont donc liées à la pureté du matériau.

2) *Pertes par courants de Foucault*, liées à la fréquence du champ. Elles se manifestent par le développement de courants induits dans la masse.

Si l'on suppose le matériau homogène, on démontre que pour des valeurs de l'angle de pertes α telles que $\tan \alpha < 0,4$, on a une relation linéaire entre $\tan \alpha$ et ω : $\tan \alpha = \varepsilon + C\omega$; ε est l'angle de pertes résiduel. C est une constante pour un échantillon donné. La courbe représentative est appelée droite de Jordan. La condition $\tan \alpha < 0,4$, fondamentale, sera toujours respectée dans nos essais.

On montre que $1/\mu_1$ dépend linéairement de ω^2 (ou f^2). On peut alors atteindre les valeurs de la perméabilité $(\mu_1)_{f=0}$ en fonction du champ, débarrassée des pertes par courants de Foucault, par extrapolation à l'origine des droites $(1/\mu_1)_{H=H_1, H_2 \dots H_n}$ tracées en fonction de f^2 .

Comme $\mu_1 = K\Delta C$, on tracera commodément les droites $(1/\Delta C)_{H=H_1, H_2 \dots H_n}$ en fonction de f^2 .

Finalement, l'extrapolation de $(1/\Delta C)_{f=0}$ pour $H = 0$ conduit à la valeur $(1/\Delta C)_{f=0}$, c'est-à-dire à la perméabilité initiale μ_i .

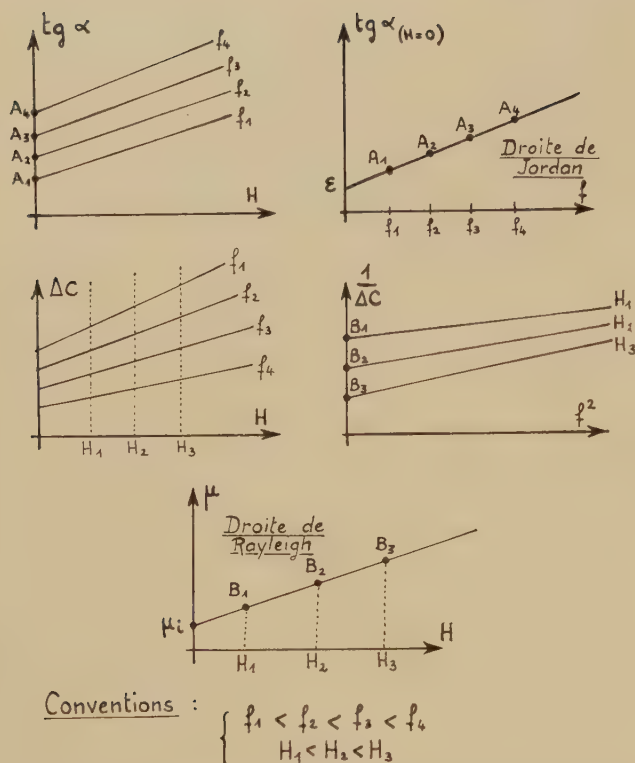


Fig. 26. — Obtention des résultats concernant la droite de Jordan et la droite de Rayleigh, à partir des mesures effectuées au pont de Maxwell.

Expression des résultats.

La figure 26 donne l'ensemble des courbes qu'il convient de tracer pour atteindre les valeurs de μ_i et ν , la droite de Jordan, compte tenu des pertes par hystérésis et par courants de Foucault.

Nous tracerons successivement les courbes suivantes :

- $\text{tg } \alpha = F(H)$ pour diverses fréquences de mesure $f_1, f_2, f_3, \dots$ telles que $\text{tg } \alpha < 0,3$ à $0,4$.
- les valeurs de $\text{tg } \alpha$, extrapolées pour un champ nul (points $A_1, A_2, A_3, \dots$) sont portées en fonction de la fréquence. On obtient la courbe $(\text{tg } \alpha)_H = 0 = F(f)$. Il s'agit de la droite de Jordan de pente λ et d'ordonnée à l'origine ϵ .
- $\Delta C = F(H)$, pour diverses fréquences $f_1, f_2, f_3, \dots, f_n$.
- $1/\Delta C = F(f^2)$ pour diverses valeurs $H_1, H_2, H_3, \dots, H_n$ du champ.
- les valeurs de $1/\Delta C$, extrapolées pour une fréquence nulle (points $B_1, B_2, B_3, \dots$) permettent de calculer $(\Delta C)_{f=0}$ pour divers champs $H_1, H_2, H_3, \dots$ c'est-à-dire $(\mu_i)_{f=0}$, perméabilité débarrassée

des courants de Foucault. On trace alors la courbe $\mu_i = F(H)$ qui, si le matériau obéit aux lois de Rayleigh, est une droite de pente ν et d'ordonnée à l'origine μ_i (perméabilité initiale).

II. — RÉSULTATS

A) Mesures au magnétomètre et au fluxmètre.

1) Préparation des échantillons.

a) Préparation des fils.

Partant d'une tige à section sensiblement carrée ($2,5 \times 2,5 \times 15 \text{ mm}^3$), prélevée sur le barreau de fer de zone fondue ou sur une plaquette de fer électrolytique ou de fer armco, on effectue un certain nombre de passes au laminoir à gorges avant de tréfiler à froid le matériau pour l'amener au diamètre choisi. Le taux de réduction, entre chaque passe, est voisin de 8 à 10 % sur le diamètre. Finalement on découpe des éprouvettes longues de 28 cm. Les échantillons soigneusement dégraissés sont mis à recuire dans un four à hydrogène pendant 48 heures à 850°C et refroidis lentement.

Dans certains cas, on a cherché à faire croître la grosseur de grain par traitement de carburation à 0,035 % C suivi d'écrouissage critique à 3 % et du recuit habituel à 850°C sous hydrogène.

b) Préparation des couronnes.

Les diamètres intérieur et extérieur des couronnes, imposés par la forme des bobines sont respectivement 15 et 35 mm. L'épaisseur n'excède pas 100 à $150 \mu\text{m}$ dans le cas des couronnes minces. Elle atteint 3 et 4 mm pour les couronnes épaisses étudiées au fluxmètre.

Excepté le cas des couronnes épaisses, nous avons préféré le découpage électrolytique à toute méthode mécanique. Le procédé électrolytique présente en effet l'avantage de ne provoquer aucun écrouissage et de conserver intacte la structure cristalline obtenue sur la tôle, avant découpage, à la suite de traitements convenables. On isole à l'aide d'un vernis (peinture au caoutchouc chloré) déposé sur la tôle tout ce qui doit constituer le circuit magnétique. On laisse sécher le vernis. On plonge ensuite la tôle servant d'anode dans le bain de polissage électrolytique (bain acéto-perchlorique 95-5).

Divers facteurs sont susceptibles d'agir sur les propriétés magnétiques du fer. Nous retiendrons, dans notre étude :

- ceux liés à la composition du matériau ou aux modifications de composition consécutives à des traitements thermiques de purification.
- ceux liés à la grosseur de grain. Il s'agit là d'un facteur essentiellement métallurgique.
- ceux qui dépendent de la forme de l'échantillon.

2) Influence de la pureté du fer sur ses propriétés magnétiques.

a) Influence de la pureté des différentes nuances de fer.

Il s'agit d'essais effectués sur échantillons épais : les fils étudiés au magnétomètre ont 1,5 mm de diamètre, tandis que les couronnes étudiées au fluxmètre, ont une épaisseur de quelques mm. On se débarrasse ainsi de l'influence de l'épaisseur qui ne peut être négligée dans le cas d'éprouvettes minces. L'épaisseur des couronnes — 2,5 mm à 4 mm suivant les cas — est beaucoup plus forte que la largeur moyenne des domaines de Weiss.

Sur la figure 27 sont rassemblées les courbes de première aimantation et les cycles d'hystérésis du fer armco purifié, du fer électrolytique et du fer de zone fondue, obtenus au magnétomètre.

Le tableau III groupe les résultats fournis par le fluxmètre sur le fer électrolytique ordinaire, puis fondu sous hydrogène, sur trois nuances de fer de zone fondue dont la grosseur moyenne des grains atteint respectivement 7 mm², 3 mm² et 1,8 mm². On constate des différences notables entre ces trois derniers matériaux.

TABLEAU III

Nature du fer	Propriétés magnétiques	Grosseur de grain	μ max	$H\mu$ max (Oe)
Electro (C).		0,5 mm ²	29 000	0,31
Electro fondu sous hydrogène (D).		1,5 mm ²	66 000	0,205
Zone fondue (E).		7 mm ²	110 000	0,1
Zone fondue (G).		3 mm ²	99 000	0,098
Zone fondue (H).		1,8 mm ²	84 000	0,129

Ces résultats, en accord avec des observations antérieures (6), montrent bien que la pureté croissante du fer se traduit par un accroissement de la perméabilité maximale $\mu_{\max}$ et une diminution du champ coercitif H_c , c'est-à-dire un rétrécissement du cycle d'hystérésis. De plus, la saturation magnétique B_s (ou un état proche de celle-ci) est plus rapidement atteinte dans le matériau de plus haute pureté.

Enfin, l'aimantation rémanente B_R conserve, en général, une valeur plus élevée dans le fer le plus pur. La germination et la croissance des domaines d'aimantation inverse sont alors faibles en raison de la plus faible densité de défauts réticulaires. Les observations micrographiques, présentées au premier chapitre, soulignent le rôle fondamental des défauts, au voisinage desquels appa-

raissent les domaines d'aimantation inverse dont le développement conditionne l'évolution de l'aimantation.

b) Evolution du champ coercitif du fer écroui, en fonction de la durée du recuit sous hydrogène à 850 °C.

Nous avons étudié l'évolution des propriétés magnétiques au cours de traitements thermiques de durée croissante, en atmosphère d'hydrogène.

Le tableau IV donne les valeurs du champ coercitif de fils de 1 mm de $\varnothing$ en fonction de la durée du recuit à 850 °C sous hydrogène. Cette température de 850 °C a été choisie parce qu'ainsi le fer est désaimanté (la température de Curie est 768 °C). D'autre part, à 850 °C, on opère une purification importante, sous courant d'hydrogène, tout en ne dépassant pas la température de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ (910 °C pour le fer pur). Les valeurs de H_c sont déduites du tracé des cycles d'hystérésis, au magnétomètre.

On constate en particulier qu'au bout de 6 heures, le fer de zone fondue atteint ses caractéristiques définitives. Un recuit de plusieurs jours à 850 °C n'apporte aucune amélioration supplémentaire.

La recristallisation, qui intervient en quelques minutes à 850 °C, est suivie de la croissance de certains grains. Au-delà de 6 heures de recuit, on peut admettre que le métal atteint sa structure cristalline définitive. Le recuit

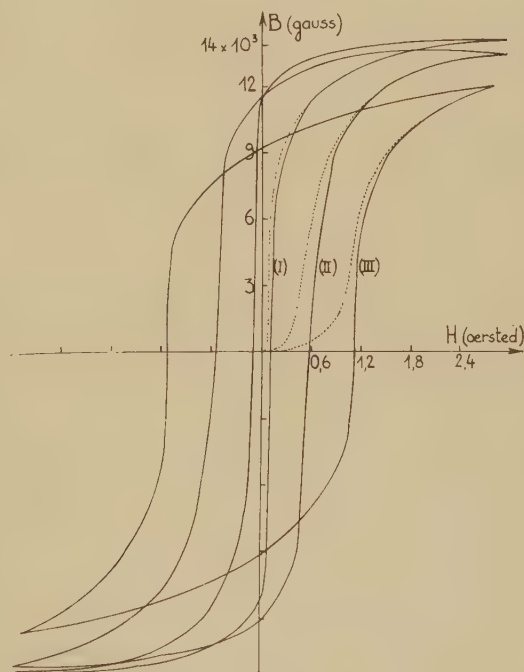


Fig. 27. — Courbes de première aimantation et cycles d'hystérésis des trois nuances fondamentales de fer.

(I) : fer de zone fondue; (II) : fer électrolytique;
(III) : fer armco.

TABLEAU IV

Durée du recuit \ Nature du fer	Armco	Electro	Fer Z.F.
0 h (écroui)	12	8,4	4,9
2 h.	3,1	1,5	0,4
4 h.	1,6	1,1	0,15
6 h.	1,4	0,75	0,1
12 h.	1,2	0,6	0,1
24 h.	1,1	0,6	0,1
48 h.	1	0,6	0,1
72 h.	0,85	0,6	0,1

à 850 °C sous hydrogène du fer de zone fondue, même prolongé, n'apporte pas de modification à la composition de ce métal. Les teneurs en impuretés, résultant du traitement de zone fondue, demeurent constantes.

Le fer électrolytique, pour sa part, présente des caractéristiques constantes au bout de 12 heures de recuit environ.

En revanche, le fer armco ne cesse de s'améliorer, même après trois jours de recuit à 850 °C sous hydrogène. Ces expériences montrent que les caractéristiques magnétiques étudiées sont sensibles à la teneur en impuretés métalloïdiques qui diminue pour une durée croissante de recuit sous hydrogène.

Ces observations rejoignent celles de De Beaulieu (7) sur l'abaissement des teneurs en métalloïdes du fer armco, sous courant d'hydrogène. On atteindrait ainsi pour un fer armco purifié sous hydrogène les teneurs :
C : 0,002 % N : 0,005 % O : 0,05 % S : 0,05 %

c) Variation des caractéristiques magnétiques de divers barreaux en fonction de la position de l'échantillon dans le barreau.

Dans ce paragraphe, nous étudions, d'une part, les caractéristiques magnétiques de différents barreaux préparés dans des conditions variables, métal de départ, vitesse de passage de la zone, atmosphère du tube de fusion, nature de la nacelle; d'autre part, la variation des mêmes caractéristiques dans un même barreau, en fonction de la zone dans laquelle l'échantillon a été prélevé — tête, milieu ou queue du barreau.

Le tableau V groupe les données relatives à divers barreaux. Les mesures, effectuées au magnétomètre, se rapportent à des tiges de 1 mm de diamètre recuites sous vide, à 850 °C de manière à obtenir un métal recristallisé, possédant la composition initiale correspondant à la région du barreau où il fut prélevé. Les teneurs en carbone sont comprises entre les valeurs limites de 8 à $10 \cdot 10^{-6}$ — cas le plus fréquent — (barreau G) et $30 \cdot 10^{-6}$ (cas du barreau E). En ce qui concerne l'oxygène, les teneurs sont comprises entre 3 et $8 \cdot 10^{-6}$, atteignant exceptionnellement $40 \cdot 10^{-6}$ en queue du barreau ayant subi 12 passages sous hydrogène, à 20 cm/heure.

On constate que les variations observées d'un barreau à l'autre sont de l'ordre de 10 à 15 % tandis que les mesures effectuées en tête, milieu et queue du barreau mettent en évidence l'enrichissement en impuretés vers la queue du barreau. Ceci est très net dans le cas du fer

TABLEAU V

Teneurs exprimées en 10^{-6}				Nature du barreau	Propriétés magnétiques	μ max	H_c	B_R
C	O	Ni	Mo					
29	8 - 10 40	95	37,5	Barreau E	milieu	77 000	0,1	11 800
					queue	71 000	0,12	11 500
		160 à 220	15,5	Barreau F	queue	70 000	0,11	10 700
7 à 8	10	186	9	Barreau G	tête	83 000	0,08	12 100
7 à 9	5 à 6				milieu	85 000	0,08	12 100
7 à 8	10 à 11				queue	81 000	0,1	11 700
~ 15	~ 4	≤ 0,5	5	Barreau H	milieu	80 000	0,1	11 600
20	3	50 à 114	14,5	Barreau I	milieu	83 000	0,09	11 700

de zone fondue dont la vitesse de passage est de 20 cm/heure, dans les fractions de milieu et de queue du barreau.

La comparaison des résultats montre que les différences les plus notables sont liées aux variations des teneurs du métal en éléments susceptibles de pénétrer en insertion dans le réseau et de le déformer par précipitation de carbures, nitrures ou oxydes, par exemple. Ainsi, de très faibles variations de concentration en carbone, azote ou oxygène (quelques 10^{-6}) ont une action sensible sur les caractéristiques magnétiques.

En revanche, le nickel — qui pénètre en substitution — agit très faiblement dans le domaine des teneurs comprises entre $0,5 \cdot 10^{-6}$ (fer H extrait à l'éther) et $95 \cdot 10^{-6}$ (fer E, non purifié à l'éther). Le même cas se présente pour le molybdène.

TABLEAU VI

Teneurs en C (en 10^{-6})	Propriétés magnétiques	$\mu_{\max}$	H_c (Oe)
15		18 400	0,350
40		16 000	0,450
71		15 000	0,490
90		13 500	0,530
143		12 000	0,580
185		11 500	0,630
200		10 500	0,680

d) Influence de faibles additions de carbone.

Il s'agit de mesures effectuées au fluxmètre sur des couronnes de fer de zone fondue, épaisses de 75 μm , diversement chargées en carbone.

Les teneurs en carbone sont comprises entre $15 \cdot 10^{-6}$ (dans le cas du fer de zone fondue de départ) et $200 \cdot 10^{-6}$.

Les résultats, groupés sur le tableau VI, conservent un caractère relatif, en raison du rôle non négligeable de la dimension des domaines à une telle épaisseur, comme nous le montrerons par la suite.

Cependant, on constate que des additions de quelques dizaines de 10^{-6} suffisent à provoquer une diminution importante de $\mu_{\max}$ et la croissance correspondante de H_c (11).

Pour les teneurs en carbone n'excédant pas $100 \cdot 10^{-6}$, les précipités de cémentite sont très fins et provoquent l'augmentation la plus notable des champs de désaiman-

tation du métal. Pour les teneurs supérieures à cette valeur, les précipités deviennent plus gros et peuvent coalescer. Leur action devient moins forte.

Ces remarques confirment les résultats des observations micrographiques, relatives au fer de zone fondue faiblement carburé ($C < 200 \cdot 10^{-6}$). Les structures des figures de Bitter deviennent de plus en plus confuses, pour de telles additions de carbone.

3) Influence de la grosseur de grain.

Les mesures ont porté sur deux groupes d'échantillons :
— des fils de fer de zone fondue, de 320 μm de diamètre, dont la taille de grain variable — comprise entre 0,2 et 2 mm dans la direction de l'axe du fil — est obtenue par le traitement de carburation déjà indiqué (précarburation à 0,035 % C, suivie d'écroutissage par traction de 3 % puis recuit de 48 heures sous hydrogène à 850 °C). Soient A, B, C, trois de ces fils pour lesquels les grains atteignent respectivement 2 mm, 0,7 mm et 0,2 mm dans leur plus grande dimension.

— trois couronnes épaisses (4 mm environ) de fer électrolytique fondu sous hydrogène désignées par les indices 1, 2, et 3 et dont les tailles de grain respectives sont 7 mm², 3 mm² et 1,5 mm².

On obtient les résultats suivants, au magnétomètre, dans le cas des fils et au fluxmètre, dans le cas des couronnes :

$$\begin{array}{ll} \mu_{\max} (A) = 65\,000 & \mu_{\max} (1) = 103\,000 \\ \mu_{\max} (B) = 55\,000 & \mu_{\max} (2) = 76\,000 \\ \mu_{\max} (C) = 39\,000 & \mu_{\max} (3) = 69\,000 \end{array}$$

La comparaison des deux groupes de résultats montre que, pour une variation donnée de taille de grain, la variation correspondante de $\mu_{\max}$ est la plus forte dans le cas des couronnes épaisses.

Les résultats peuvent s'interpréter en tenant compte des observations micrographiques du chapitre précédent. Les dimensions de domaines, pour les tailles de grain considérées, sont de l'ordre de 350, 200 et 80 μm respectivement pour les éprouvettes (A), (B) et (C).

On constate donc que la largeur des domaines de Weiss dans l'éprouvette (A) est du même ordre de grandeur que son diamètre. Les charges libres apparaissant en surface sont plus nombreuses car le flux ne peut pas se refermer aisément dans (A), le nombre de domaines rencontré statistiquement dans la section du fil étant très faible. Les champs de dispersion, apparus en surface, plus intenses, augmentent l'énergie magnétostatique du métal et entraînent la chute des propriétés magnétiques de (A). En revanche, dans l'éprouvette (B), la probabilité de rencontrer un plus grand nombre de domaines dans la section du fil assure une meilleure fermeture du flux au sein du matériau et réduit l'intensité des champs de dispersion superficiels. En (C), « l'homogénéité » magnétique du métal est encore améliorée.

L'examen des résultats concernant le fer électrolytique fondu montre que pour une épaisseur élevée, la valeur

TABLEAU VII

Nature du fer	Diamètre Ø en μm	150	250	320	500	700	1 000	1 500	2 000
Armco (B).	H_c	0,6	0,55	0,53	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
	μ_{max}	17 000	18 000	18 500	20 000	20 000	20 000	20 000	20 000
Electro (C) gros grains...	H_c	0,4	0,34	0,3	0,28	0,28	0,28	0,28	0,28
	μ_{max}	29 000	33 000	35 000	37 000	36 500	37 000	38 000	38 000
Electro (C) grains fins 0,05 mm.	H_c	0,65	0,62	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60
	μ_{max}	16 500	16 500	17 000	17 000	17 000	17 000	17 500	17 500
Zone fondue (G).	H_c	0,260	0,170	0,140	0,100	0,09	0,08	0,08	0,08
	μ_{max}	40 000	51 000	60 000	68 000	72 000	82 000	82 000	82 000

de la perméabilité croît beaucoup plus vite en fonction de la taille du grain.

Deux facteurs tendent ainsi à contrarier leurs effets : la grosseur de grain croissante tend à augmenter la valeur de la perméabilité maximale tandis que l'augmentation des charges libres, source d'accroissement de l'énergie de désaimantation, agit en sens inverse lorsque l'épaisseur ou le diamètre sont du même ordre de grandeur que la taille moyenne des domaines.

4) Influence des dimensions de l'éprouvette sur les propriétés du fer de différentes puretés.

Par le terme « dimensions » nous entendons « la plus petite dimension » de l'éprouvette. Dans le cas des fils, il s'agit du diamètre. Dans le cas des couronnes, seule l'épaisseur interviendra.

a) *Au magnétomètre*, nous nous sommes proposé d'étudier les propriétés magnétiques de fils de diamètre D , pour lesquels on peut définir une largeur moyenne L des domaines de Weiss et une grosseur de grain G .

Si l'on maintient G constant, on peut étudier l'influence de la valeur du rapport L/D sur les propriétés magnétiques de fers de différentes puretés. On sait en effet que, pour une grosseur de grain donnée, les domaines les plus larges et les mieux définis s'observent dans le matériau de plus haute pureté. Les essais ont porté sur des fils de fer armco purifié dans l'hydrogène, de fer électrolytique et de fer de zone fondue (20 cm/h) pour des diamètres compris entre 32/100 et 2 mm. Les fils sélectionnés sont ceux pour lesquels on a une grosseur de grain sensiblement identique (0,8 à 1 mm dans la direction de l'axe du fil). Les résultats donnant H_c et μ_{max} en fonction du diamètre sont groupés sur le tableau VII. Les corrections dues au facteur démagnétisant D ont été effectuées.

A grosseur de grain égale, la variation, faible dans

le cas du fer électrolytique est encore plus limitée avec le fer armco. Ces matériaux ont en effet des domaines qui, pour cette grosseur de grain, n'excèdent pas 100 μm , en moyenne. Le fil de 150 μm (obtenu par polissage électrolytique) accuse une remontée de H_c . Dans le cas du fer électrolytique à grain fin, la variation est très faible.

En revanche, le fer de zone fondue permet de montrer l'influence du diamètre sur les mesures magnétiques. Dans cet intervalle de diamètre, la largeur moyenne des domaines étant de 250 à 300 μm , on note une influence sensible du diamètre jusqu'à des valeurs de l'ordre de 0,5 à 0,7 mm. Les points obtenus pour des diamètres de 1, 1,5 et 2 mm révèlent les vraies caractéristiques du fer de zone fondue pour cette grosseur de grain, tandis qu'aux sections plus faibles correspondant à une forte valeur de L/D , H_c augmente et μ_{max} diminue rapidement.

b) *Au fluxmètre*. Il était intéressant d'étudier l'évolution des propriétés magnétiques des couronnes en fonction de leur épaisseur, tout en conservant la structure cristalline initiale. Pour cela, nous avons mis au point un

TABLEAU VIII

Armco (B) 0,6 mm ²	a (μm)	25	38	71	105	160
	H_c	0,77	0,72	0,66	0,67	0,65
	μ_{max}	14 000	15 200	15 700	15 700	16 000
Electro (C) 0,05 mm ²	a (μm)	27	40	65	100	140
	H_c	0,71	0,65	0,65	0,62	0,62
	μ_{max}	15 700	16 200	16 700	16 700	16 500
Electro fondu (D) 0,7-0,8 mm ²	a (μm)	25	35	70	92	130
	H_c	0,80	0,70	0,60	0,52	0,47
	μ_{max}	10 200	12 000	15 300	17 100	18 000

procédé d'amincissement par polissage électrolytique homogène des couronnes minces. On peut ainsi atteindre des épaisseurs de l'ordre de $20\text{ }\mu\text{m}$, avec une variation du bord de l'éprouvette vers le centre, n'excédant jamais 10 % aux épaisseurs les plus faibles.

Le schéma de la figure 28 représente le dispositif d'amincissement. La couronne est en contact en A, B, C avec une tige à 3 brins isolée sur le reste de sa surface par un vernis.

La cathode est une plaque d'acier inoxydable, disposée horizontalement au fond du bain acéto — perchlorique 95-5. L'amincissement est effectué sous 38 volts.

Partant de couronnes de $150\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur, on descend à $20\text{ }\mu\text{m} \pm 1\text{ }\mu\text{m}$. Pour les grosseurs de grain de ces couronnes (en général de l'ordre de $0,5$ à $0,7\text{ mm}^2$) la largeur moyenne des domaines atteint 150 à $200\text{ }\mu\text{m}$. La taille des domaines demeurant sensiblement constante par amincissement électrolytique, on se trouve ainsi dans une gamme d'épaisseurs favorables à l'étude de l'influence de l'anisotropie de forme sur les mesures.

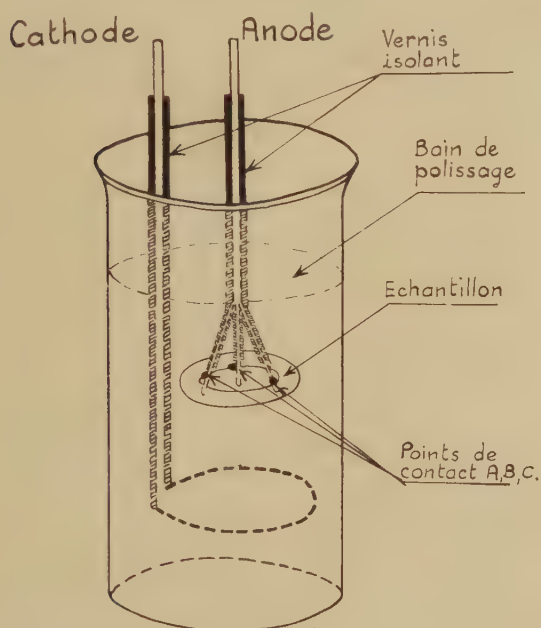


Fig. 28. — Dispositif d'amincissement homogène des couronnes.

Le tableau VIII rassemble les résultats relatifs au fer armco purifié sous hydrogène, au fer électrolytique et au fer électrolytique fondu sous hydrogène.

On remarque que μ_{max} et $H\mu_{\text{max}}$ varient assez peu (dans le cas du fer armco les grains ont environ $0,6\text{ mm}^2$). En ce qui concerne le fer électrolytique, la variation est également très faible (mais dans ce cas, la grosseur de grain n'excède pas $0,05\text{ mm}^2$).

Le fer électrolytique fondu sous hydrogène révèle une nette variation de μ_{max} et $H\mu_{\text{max}}$, vers les faibles épaisseurs (les grains atteignent $0,7$ à $0,8\text{ mm}^2$).

La figure 29, relative au fer de zone fondue G (milieu de barre) montre la chute brutale de μ_{max} quand l'épaisseur décroît. La figure 30 donne la variation de

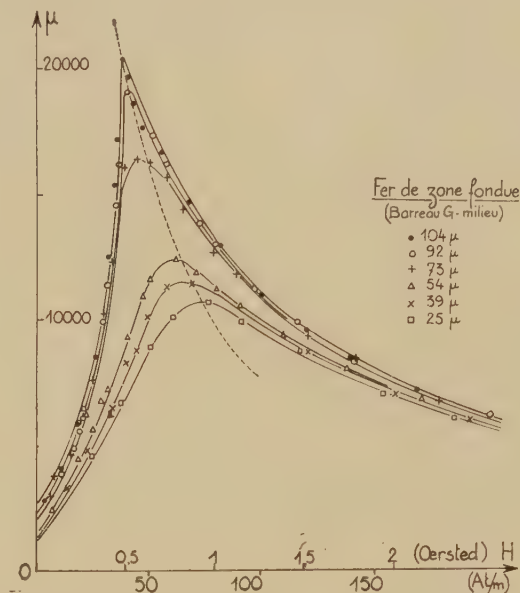


Fig. 29.

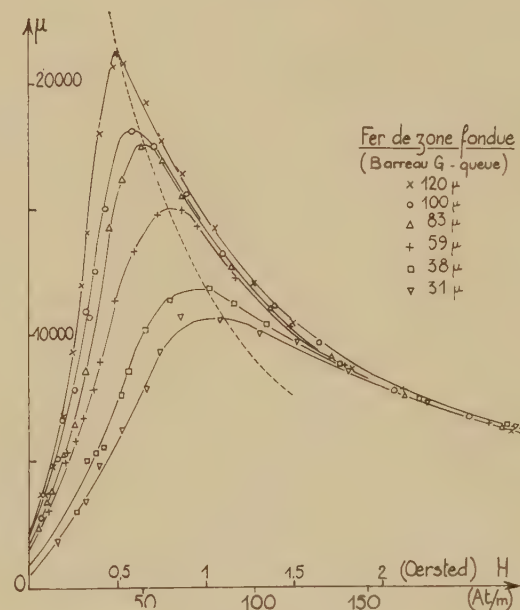


Fig. 30.

Fig. 29 et 30. — Courbes de variation de la perméabilité μ en fonction du champ H de deux couronnes de fer de zone fondue, amincies par polissage électrolytique. La courbe en pointillé donne l'évolution $H\mu_{\text{max}}$ avec l'épaisseur.

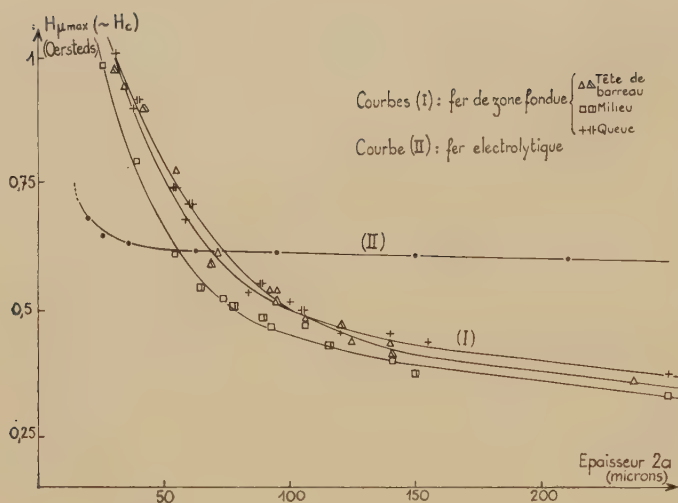


Fig. 31. — Variation du champ coercitif H_c (ou $H_{\mu \max}$) en fonction de l'épaisseur de couronnes prélevées en tête, milieu et queue d'un même barreau de fer de zone fondue (I). La courbe (II) est relative à une couronne de fer électrolytique.

μ en fonction de H pour une éprouvette prélevée en queue du même barreau.

La figure 31 enfin donne les valeurs de $H_{\mu \max}$ en fonction de l'épaisseur pour des échantillons prélevés en tête, milieu et queue du barreau G. La courbe relative au fer électrolytique est également tracée (fig. 32).

On constate, d'une part, l'analogie de ces résultats et de ceux obtenus au magnétomètre; d'autre part, la nette différence entre les couronnes prélevées sur trois fractions du même barreau.

Les observations relatives aux variations de $\mu_{\max}$ et $H_{\mu \max}$ en fonction de l'épaisseur sont identiques à celles effectuées par d'autres auteurs sur les ferronickels usuels (8) ou sur d'autres matériaux magnétiques doux (9).

Comme dans le cas des fils, la chute des caractéristiques magnétiques résulte de l'augmentation de l'énergie de la paroi de Bloch (10), consécutive à l'accroissement des champs de dispersion superficiels. On aboutit ainsi au « durcissement » magnétique d'un matériau initialement très doux. Dans le cas du fer de zone fondue, cette chute de $\mu_{\max}$ apparaît pour des épaisseurs relativement élevées, de l'ordre de $150 \mu\text{m}$. Pour le fer électrolytique ou le fer armco, il faut descendre à des valeurs de l'épaisseur beaucoup plus faibles. Ceci résulte de la subdivision en domaines de Weiss de grandes dimensions du matériau de zone fondue.

L'évolution de $H_{\mu \max}$ en fonction de l'épaisseur s'effectue suivant une loi du type $H_{\mu \max} \cdot a^n = \text{Cte}$. Nos essais montrent que dans le fer de zone fondue, $n = 0,6$ et la constante vaut environ 8 000 si $H_{\mu \max}$ et a sont respectivement évalués en mOe et en microns (12).

Enfin, les différences enregistrées suivant la zone dans laquelle a été prélevée l'éprouvette sont à rapprocher des

conclusions d'analyses qui montrent que la purification d'un barreau de zone fondue est la plus efficace dans sa partie centrale; les atomes étrangers, dont le coefficient de partage est généralement différent de 1 se regroupent en tête et surtout en queue de barreau. On constate bien, en effet, qu'à épaisseur donnée, $H_{\mu \max}$ (plus faible au milieu) et $\mu_{\max}$ (le plus élevé en milieu de barreau), accordent à la fraction centrale du barreau le caractère le plus doux, du point de vue magnétique.

B) Mesures au pont de Maxwell.

1) Mesures sur fils au pont de Maxwell.

Ces mesures sont relatives au fer électrolytique et au fer de zone fondue. Le fer armco n'a pu être étudié dans les champs alternatifs très faibles, de quelques millioersteds en raison du peu de précision des mesures de ΔC , ΔR et $\text{tg } \alpha$. La pente de la droite de Rayleigh est trop faible dans ce cas.

Dans le cas du fer électrolytique et du fer de zone fondue, nous avons opéré sur des fils de 320 microns, longs de 25 cm. On montre que la correction de champ démagnétisant est très faible. L'emploi de fils d'un aussi

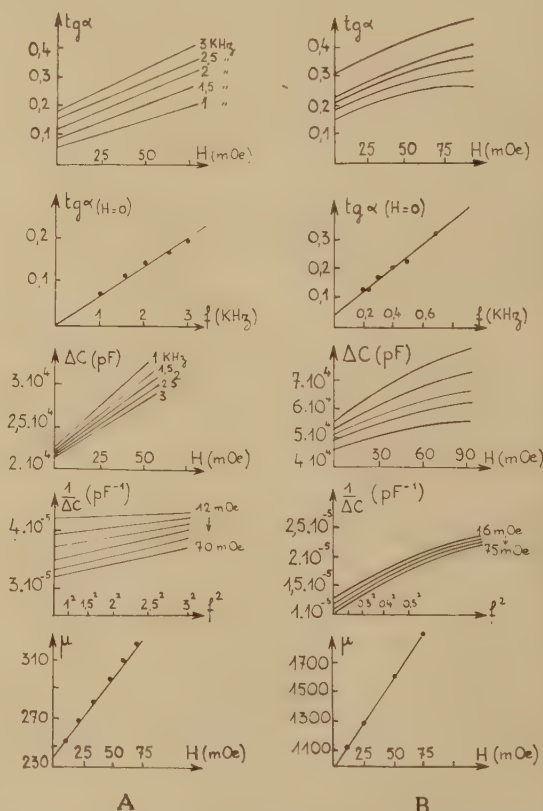


Fig. 32. — Données relatives au fer électrolytique (courbes A) et au fer de zone fondue (courbes B) obtenues au pont de Maxwell.

fort diamètre limite l'usage du pont de Maxwell à des fréquences n'excédant pas 1 ou 2 KHz, par suite de l'apparition de pertes par courants de Foucault importantes. $Tg \alpha$ atteint rapidement 0,6 à 0,7. Des harmoniques de H et B viennent alors fausser l'expression simple des résultats.

Nous nous limiterons donc à la présentation des principaux résultats, car l'essentiel des déterminations a été effectué sur des couronnes qui, par ailleurs, se prêtent parfaitement à l'observation des figures de Bitter.

a) Cas du fer électrolytique.

Les courbes de la figure 32 (A) présentent les divers résultats obtenus sur un échantillon de 320 microns de diamètre. On observe les valeurs suivantes :

$$\mu_i = 240; \nu = 1\,300; \nu/\mu_i = 5,5 \text{ et } \lambda = 6,1 \cdot 10^{-5} \text{ (pente de Jordan)}$$

ν/μ_i définit le rapport des déplacements irréversibles des parois aux déplacements réversibles.

Par amincissement électrolytique nous avons pu préparer des fils de 220 μm de diamètre (et même 150 μm) dont les caractéristiques sont :

$$\mu_i = 350; \nu = 3\,100; \nu/\mu_i = 8,8 \text{ et } \lambda = 4,4 \cdot 10^{-5}$$

D'autres déterminations permettent de constater sur ce métal une assez grande dispersion des résultats.

Finalement on peut fixer les limites suivantes :

$$250 \leq \mu_i \leq 350 \quad 1500 \leq \nu \leq 4\,000 \quad 5 \leq \nu/\mu_i \leq 9$$

b) Cas du fer de zone fondue.

Les courbes de la figure 32 (B) se rapportent au fer de zone fondue du type (I). On obtient $\mu_i = 920$; $\nu = 14\,000$; $\nu/\mu_i = 15$ et $\lambda = 4,2 \cdot 10^{-4}$.

La comparaison des courbes 38 (A) et 38 (B) révèle les différences fondamentales entre le fer électrolytique et le fer de zone fondue.

Le tableau IX groupe les caractéristiques obtenues sur deux nuances de fer de zone fondue, en divers points des barreaux. Le métal, recuit 48 heures sous vide, conserve ainsi la composition initiale relative à sa position dans le barreau. La comparaison des données relatives au champ coercitif et à la perméabilité et des valeurs concernant la droite de Rayleigh permet de constater la sensibilité de ces dernières vis-à-vis de la pureté.

2) Mesures sur couronnes minces au pont de Maxwell.

a) Avantages des couronnes.

L'emploi des couronnes minces présente un triple intérêt :

- épaisseur relativement faible : il est facile, dans ces conditions, d'augmenter la fréquence de mesure tout en respectant la condition $tg \alpha < 0,4$. En ayant la possibilité de travailler à une fréquence plus élevée

TABLEAU IX

Nature du fer	Propriétés magnétiques			
		μ_i	ν	λ
Barreau F	{ milieu queue	970	15 000	15,5
		790	10 500	13,5
Barreau G	tête	800	10 000	12,5
	milieu	900	11 000	13,5
	queue	740	8 500	11,5

que dans le cas des fils, on augmente la sensibilité de détection de l'équilibre et, de ce fait, la précision des mesures. Par exemple, sur des couronnes de 20 microns d'épaisseur, on peut travailler jusqu'à des fréquences de plusieurs dizaines de KHz.

- possibilité d'amincissement : on utilise la méthode d'amincissement électrolytique décrite au paragraphe des mesures au fluxmètre. On peut, de la sorte, étudier l'évolution des coefficients μ_i et ν d'un métal dont on a fixé, au préalable, la taille des grains et la morphologie des domaines principaux.

- observation des figures de Bitter : cette opération, dans le cas des couronnes, s'effectue aisément entre chaque amincissement d'une couronne déterminée.

b) Résultats relatifs au fer électrolytique et à divers fers de zone fondue.

En ce qui concerne le fer électrolytique, sur une couronne de 100 microns, recuite sous vide, pendant 48 heures, on obtient les données suivantes :

$$\mu_i = 320; \nu = 2\,700; \nu/\mu_i = 8,4; \lambda = 7,3 \cdot 10^{-5}$$

Les mesures effectuées sur éprouvettes amincies électrolytiquement donnent une valeur de perméabilité initiale, sensiblement constante, ν/μ_i , invariable au début, évolue faiblement vers 30 - 40 μm .

Sur une couronne de 35 μm , on obtient :

$$\mu_i = 280; \nu = 1900; \nu/\mu_i = 6,8; \lambda = 1,2 \cdot 10^{-5}$$

Ici encore, le fer armco n'a pu être étudié par suite de la faiblesse des valeurs de ΔR et ΔC .

L'ensemble des résultats suivants (tableau X) concerne des fers de zone fondue, de diverses provenances. En particulier, on donne les valeurs en tête, milieu et queue des barreaux (E) et (G), recuits sous vide à 850 °C.

3) Interprétation des résultats obtenus sur fils et couronnes minces.

La comparaison des valeurs relatives aux paramètres de la droite de Rayleigh définis sur fils et sur couronnes minces montre que, dans les champs très faibles qui

TABLEAU X

Nature du barreau	Propriétés magnétiques	Epaisseur de la couronne (μm)	μ_i	v	$\frac{v}{\mu_i}$	λ
Barreau E	milieu queue	105	1 050	16 000	15,2	$1,78 \cdot 10^{-4}$
		101	970	16 000	16,50	$1,6 \cdot 10^{-4}$
Barreau H	queue	95	1 000	17 000	17	$1,55 \cdot 10^{-4}$
Barreau G	tête	105	960	16 000	16,7	$1,6 \cdot 10^{-4}$
	milieu	102	1 080	19 000	17,6	$1,9 \cdot 10^{-4}$
	queue	108	920	15 000	16,3	$1,6 \cdot 10^{-4}$
Barreau I		110	1 070	20 000	18,7	$2 \cdot 10^{-4}$
Barreau F	milieu queue	95	1 060	21 000	19,8	$2,2 \cdot 10^{-4}$
		95	920	17 000	18,5	$1,9 \cdot 10^{-4}$

délimitent le domaine de Rayleigh, les coefficients μ_i et v sont extrêmement sensibles aux moindres défauts du réseau. En soumettant les divers matériaux à des traitements aussi identiques que possible, le degré de perfection de la structure — à grosseur de grain donnée — ne dépend plus que de la teneur en impuretés. C'est ainsi que les déplacements de parois seront les plus notables dans un édifice cristallin présentant le minimum d'imperfections.

L'importance des déplacements réversibles s'exprime par la perméabilité initiale μ_i . Le coefficient v , d'autre

part, des déplacements irréversibles traduit l'allure parabolique de la courbe $B = f(H)$, dans les champs faibles et exprime en particulier l'importance des déplacements irréversibles de parois, image de l'hystérésis.

Les résultats antérieurs montrent bien l'accord des valeurs mesurées et des observations des figures de Bitter. Les sauts de parois sont en effet les plus importants dans le métal de zone fondue. Ceci conduit à penser — comme le confirment les mesures au pont de Maxwell — que v/μ_i est plus élevé dans ce cas.

Nous examinerons successivement le cas de couronnes

TABLEAU XI

Epaisseur (microns)	μ_i	v	$\frac{v}{\mu_i}$	λ	Grosseur de grain	Largeur des domaines
29,1	930	2 700	2,9	$2,04 \cdot 10^{-5}$	0,1 à 0,15 mm ²	60 à 80 μm
47,25	1 020	5 100	5	$4 \cdot 10^{-5}$		
57,2	1 000	7 300	7,3	$5,3 \cdot 10^{-5}$		
76,7	950	6 300	6,7	$7,7 \cdot 10^{-5}$		
86	1 040	7 500	7,2	$1,4 \cdot 10^{-4}$	0,3 à 0,5 mm ²	80 à 100 μm
101	1 050	16 000	15	$1,78 \cdot 10^{-4}$		
108	1 100	16 000	14,5	$2,7 \cdot 10^{-4}$		
115	2 200	28 000	12,75	$4 \cdot 10^{-4}$		
143	2 000	35 000	17,5	$5,5 \cdot 10^{-4}$		130 à 150 μm

recuites sous hydrogène à 850 °C après avoir été amenées à diverses épaisseurs par laminage, puis celui de couronnes recuites sous hydrogène à 850 °C, dont l'épaisseur est ensuite diminuée par polissage électrolytique.

4) Evolution des propriétés magnétiques au cours de l'amincissement des couronnes, en relation avec l'étude micrographique des domaines magnétiques.

a) Cas des couronnes amenées à diverses épaisseurs par laminage, puis recuites.

Le tableau XI groupe l'ensemble des résultats. L'observation micrographique de chaque couronne révèle une grosseur de grain décroissante quand l'épaisseur diminue, donc quand le taux de laminage augmente. Les couronnes épaisses de 150 μm ont des grains de 0,3 à 0,5 mm^2 environ, tandis qu'aux épaisseurs de 30 μm , on descend à 0,1 - 0,15 mm^2 . Cette anomalie apparente — l'augmentation du taux d'écroutissage amenant en général le développement de cristaux de plus grandes dimensions — s'explique si l'on songe à l'absence de recristallisation secondaire dans le cas des métaux de haute pureté.

Cette taille de grain variable entraîne une dimension moyenne D des domaines également variable : pour une épaisseur de 100 à 150 μm , D est de l'ordre de 150 μm . D tombe à 100 μm pour les couronnes épaisses de 70 μm et n'est plus que de 80 μm pour les couronnes plus minces encore.

b) Cas des éprouvettes amincies par polissage électrolytique.

Nous sommes partis des éprouvettes étudiées au paragraphe précédent auxquelles nous avons fait subir un léger polissage électrolytique destiné à éliminer la couche superficielle perturbée. Les épaisseurs de départ sont alors 111 μm , 56,6 μm , 26,7 μm .

L'amincissement électrolytique nous a permis de conserver la structure cristalline de départ. D'autre part, l'observation des figures de Bitter, à divers stades de l'amincissement, montre que la structure des domaines principaux est conservée. L'examen micrographique est présenté dans le chapitre suivant.

Les résultats relatifs aux diverses couronnes sont rassemblés dans le tableau XII.

On peut faire les remarques suivantes :

- la valeur de μ_i diminue avec l'épaisseur. Aux faibles valeurs de cette dernière, les conditions de l'aimantation sont modifiées par l'apparition de champs de désaimantation (le flux ne pouvant se refermer dans l'épaisseur de l'éprouvette). L'accroissement d'énergie magnétostatique résultant, analogue à celui observé dans le cas des fils et des couronnes de faible épaisseur, au magnétomètre et au fluxmètre, conduit à la chute des propriétés du métal massif.
- la valeur de v décroît, pour sa part, très rapidement, ce qui signifie que les déplacements irréversibles sont de plus en plus difficiles. Le rapport v/μ_i décroît très

vite. En pratique, les mesures sont relatives à plusieurs couronnes dont les épaisseurs initiales sont différentes. Il s'agit toujours du fer de zone fondue (E).

En résumé l'amincissement électrolytique conduit à un élargissement du domaine de Rayleigh. On sait en effet que la perméabilité d'amplitude $\mu_a = \mu_i + vH$ est supérieure environ de 20 à 30 % à la valeur de μ_i quand on arrive à la limite du domaine de Rayleigh. Comme l'accroissement de μ_a est constamment réduit il se produit donc, aux très faibles épaisseurs, un durcissement magnétique du matériau initialement très doux. L'obser-

TABLEAU XII

Epaisseur de départ : 111 μm .
Largeur moyenne des domaines : 130-150 μm

	e (μm)	μ_i	v	v/μ_i	λ
1	111	1 590	20 800	13	$2,96 \cdot 10^{-4}$
2	104,5	1 275	14 600	11,5	$2,32 \cdot 10^{-4}$
3	98	1 150	10 850	9,4	$2,17 \cdot 10^{-4}$
4	92,5	1 130	11 400	8,6	$2,03 \cdot 10^{-4}$
5	72,5	1 225	11 200	9,2	$1,4 \cdot 10^{-4}$
6	65	1 065	8 400	7,9	$1,1 \cdot 10^{-4}$
7	46	910	5 900	6,5	$4,17 \cdot 10^{-5}$
8	38	990	7 250	7,3	$4,3 \cdot 10^{-5}$
9	30	690	3 500	5,7	$3,1 \cdot 10^{-5}$
10	23	635	2 750	4,3	$1,2 \cdot 10^{-5}$

Epaisseur de départ : 56,6 μm .
Largeur moyenne des domaines : 60-80 μm .

	e (μm)	μ_i	v	v/μ_i	λ
1	56,6	950	4 500	4,8	$5,3 \cdot 10^{-5}$
2	41,8	785	3 350	4,3	$3,15 \cdot 10^{-5}$
3	29,2	755	1 850	2,5	$1,55 \cdot 10^{-5}$
4	22,2	600	très faible	très faible	$0,9 \cdot 10^{-5}$
5	18,6	590	très faible	très faible	$0,65 \cdot 10^{-5}$

TABLEAU XII (fin)

Épaisseur de départ : 26,7 μm .
Largeur des domaines

	e (μm)	μ_i	v	v/μ_i	λ
1	26,7	760	2 100	3,6	$1,3 \cdot 10^{-5}$
2	14,5	555	450	1	$3,86 \cdot 10^{-6}$
3	11,9	290	très faible	très faible	$2,53 \cdot 10^{-6}$

vation de ce phénomène dans un domaine d'épaisseurs d'usage commode, a été largement facilitée par l'emploi de couronnes de fer de zone fondue qui, pour une grosseur de grain donnée présentent les domaines de Weiss les plus larges et sont susceptibles d'être amincies d'une manière homogène par polissage électrolytique.

c) Influence de la grosseur de grain.

Nous avons comparé plusieurs couronnes de fer de zone fondue, de même épaisseur, mais dont la grosseur de grain varie de 0,3 à 5 mm^2 . On obtient cette gamme de grosseurs de grain par des traitements thermiques et mécaniques sur les tôles avant découpage électrolytique des couronnes : après recuit de 48 heures sous vide de la tôle amenée par laminage à l'épaisseur choisie pour la couronne, on effectue une carburation à 0,035 %. Puis la tôle est écrouie de 3 % par traction et mise à recuire à 850 °C sous hydrogène. De cette manière, il est possible de préparer des couronnes dont la taille de grain peut varier dans de larges limites.

On constate, sur le tableau XIII, que pour une épaisseur donnée, la largeur croissante des domaines se manifeste par une valeur de plus en plus élevée des paramètres μ_i et v . Cependant, comme nous le montrerons, l'anomalie des pertes par courants de Foucault est très sensible aux dimensions des domaines.

TABLEAU XIII

Zone fondue (E) : $a = 115 \mu\text{m}$

Grosseur de grain	μ_i	v	v/μ_i	λ
0,4 mm^2	2 200	28 000	12,75	$4 \cdot 10^{-4}$
1,5 mm^2	2 650	32 000	12,1	$6 \cdot 10^{-4}$
4 mm^2	2 900	34 000	11,7	$8,5 \cdot 10^{-4}$

5) Influence de la polygonisation sur les propriétés magnétiques du fer.

Le traitement de polygonisation du métal, défini au chapitre précédent, consiste à déformer faiblement le métal recristallisé et à effectuer un recuit ultérieur qui provoque le morcellement des grains en sous-grains, encore appelés blocs de polygonisation.

Nous avons choisi le traitement de polygonisation lié aux tensions créées dans le métal par passage du point de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. L'échantillon recuit 12 heures à 930 °C est refroidi jusqu'à 880 °C, maintenu plusieurs heures à cette température et refroidi lentement jusqu'à l'ambiante.

Les mesures magnétiques au fluxmètre ont été effectuées sur une même éprouvette épaisse avant et après traitement de polygonisation. On constate une amélioration sensible des valeurs de μ_{max} et une diminution de $H_{\mu_{\text{max}}}$.

Le tableau XIV donne les résultats obtenus sur trois couronnes épaisses de diverses origines traitées dans l'hydrogène.

TABLEAU XIV

Nature du fer	Propriétés magnétiques	
	μ_{max}	
	avant polygonisation	après polygonisation
Zone fondue (E) 7 mm^2 .	110 000	120 000
Zone fondue (G) 3 mm^2 .	99 000	112 000
Zone fondue (H) 1,8 mm^2	84 000	90 000

Des essais effectués sur le fer électrolytique et le fer électrolytique fondu conduisent à des observations analogues.

Au pont de Maxwell, sur couronnes minces, on a pu noter une légère influence de la polygonisation sur les paramètres de la droite de Rayleigh.

Il semble que l'amélioration — relativement faible (10 % environ) mais reproductible — des propriétés magnétiques du métal après traitement de polygonisation résulte d'un perfectionnement de la structure cristallographique. Les blocs de polygonisation atteignent un degré de perfection du réseau (révélée par la finesse des taches des diagrammes de rayons X) qui permet d'envisager une plus grande mobilité des parois dans un métal pour lequel les défauts et les atomes étrangers, qui y sont associés, se sont regroupés dans les sous-joints séparant des sous-grains de faible désorientation.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) E. THELLIER. — *Ann. Inst. Phys. Globe.*, **16**, 163.
- (2) R. M. BOZORTH. — *Ferromagnetism*, Van Nostrand, New York (1951), 841.
- (3) I. EPELBOIN. — Thèse (1946).
- (4) I. EPELBOIN. — *Onde Electrique Fr.*, **28**, n° 257, (1948), 322-327.
- (5) J. DIEUDONNÉ. — D.E.S. Paris (1950).
- (6) T. D. YENSEN. — *Trans. Am. Electrochem. Soc.*, **56** (1929), 215.
P. P. CIOFFI. — *Phys. Rev.*, **39** (1932), 363.
- (7) Ch. DE BEAULIEU. — Thèse Paris (1955).
- (8) G. GILARDIN. — D.E.S. Paris (1951).
- (9) V. A. ZAIKOVA et Y. A. S. SHUR. — *Fiz. Metall. Metalloved.*, **10**, n° 3, (1960), 350.
- (10) L. NÉEL. — *C.R. Acad. Sci. France*, **241** (1955), 533.
- (11) F. DABOSI et B. DUBOIS. — *C.R. Acad. Sci. France*, **254** (1962), 2768.
- (12) F. DABOSI, I. EPELBOIN et J. TALBOT. — *C.R. Acad. Sci. France*, **254** (1962), 840.

CHAPITRE III

ÉTUDE DE L'ANOMALIE DES PERTES PAR COURANTS DE FOUCAULT DU FER DE ZONE FONDUE EN RELATION AVEC LA SUBDIVISION DE CE MÉTAL EN DOMAINES DE WEISS

Une substance, placée dans un champ magnétique variable, est le siège de courants induits qui se développent dans la masse. Il en résulte, pour une fréquence de mesure f et une épaisseur de l'échantillon a données, l'existence de pertes par courants de Foucault de la forme $K\sigma$, K étant une constante englobant f et a , et σ étant la conductibilité électrique du matériau.

Dans certains cas, cependant, les pertes par courants de Foucault des substances ferromagnétiques sont beaucoup plus fortes que celles définies précédemment et conduisent à définir une conductibilité électrique apparente σ_a , déduite de la pente de la droite de Jordan. L'écart entre les valeurs de σ_a et σ exprime l'importance des anomalies de pertes par courants de Foucault que l'on a coutume d'évaluer à l'aide du rapport σ_a/σ . Un excès de pertes se traduit donc par $\sigma_a/\sigma > 1$.

Dans les dix dernières années, divers auteurs se sont attachés à préciser les causes exactes de cet excès de pertes. On a pu ainsi mettre en évidence l'influence de la structure en domaines sur la distribution des courants de Foucault et aboutir à un meilleur accord entre les

valeurs expérimentales et les données théoriques (1). On a pu calculer ces pertes en utilisant des modèles simplifiés de subdivision en domaines, chaque modèle différant seulement sur des points de détail d'un auteur à un autre (2). Dans tous les cas cependant, le rapport D/a de la largeur des domaines principaux à l'épaisseur a de l'échantillon constitue le paramètre fondamental.

Il a été possible de déterminer l'évolution de l'anomalie des pertes par courants de Foucault, de rubans de mumétal au molybdène dont l'épaisseur était progressivement réduite par polissage électrolytique (3).

L'accord avec le modèle proposé par Néel s'est révélé satisfaisant. Cependant, la vérification micrographique consistant à déterminer par observation des figures de Bitter, la largeur moyenne des domaines principaux s'est révélée très délicate par suite de la forte dispersion des valeurs de D .

Disposant, avec le fer de zone fondue, d'un matériau dont la structure magnétique se résout en domaines de Weiss, parfaitement définis, très réguliers et de grandes dimensions, il nous a paru intéressant d'établir une loi expérimentale de variation de l'anomalie σ_a/σ des pertes

par courants de Foucault, définie au pont de Maxwell, en fonction du paramètre D/a , défini micrographiquement.

I. — PRINCIPE DE LA DÉTERMINATION DE L'ANOMALIE DES PERTES PAR COURANTS DE FOUCAULT

Dans le chapitre précédent, nous avons indiqué la méthode de séparation des pertes. En particulier, en l'absence de pertes par hystérésis et pour des valeurs de l'angle de pertes $(\text{tg } \alpha)_{H=0}$ suffisamment faibles ($\text{tg } \alpha < 0,4$), on montre que l'on a la relation :

$$(\text{tg } \alpha)_{H=0} = \varepsilon + 2/3 \chi^2 \text{ avec } \chi^2 = (a^2/4) \pi \mu_0 \mu_i \sigma_f$$

qui traduit l'existence d'une fonction linéaire entre $(\text{tg } \alpha)_{H=0}$ et la fréquence f . La courbe représentative est une droite appelée droite de Jordan, de pente $\lambda = \frac{\partial(\text{tg } \alpha)_{H=0}}{\partial f}$ et d'ordonnée à l'origine ε , angle de pertes résiduel. La mesure de λ entraîne donc la connaissance de σ_a dont la valeur, en l'absence d'anomalie, est égale à la valeur classique σ de la conductibilité électrique.

D'une manière générale, si l'on désigne par σ_a la valeur de la conductibilité apparente, déduite de nos mesures, on obtient respectivement, dans le cas des fils et des couronnes, les relations (4) :

$$(\sigma_a) = \frac{16}{\pi} \frac{1}{\mu_0 \mu_i \varphi^2} \lambda \text{ (fils)}$$

$$(\sigma_a) = \frac{6}{\pi} \frac{1}{\mu_0 \mu_i a^2} \lambda \text{ (couronnes)}$$

En résumé, σ_a se déterminera au pont de Maxwell à partir de la perméabilité initiale μ_i , de l'épaisseur a de la couronne (ou du diamètre φ du fil) et de la pente λ de la droite de Jordan.

L'erreur relative sur σ_a/σ est de l'ordre de 2 % dans le cas des couronnes et elle atteint généralement 5 %, dans le cas des fils, par suite d'une finesse d'équilibre moins parfaite.

II. — CONDITIONS DE MISE EN ÉVIDENCE DE L'ANOMALIE LIÉE À LA STRUCTURE EN DOMAINES INFLUENCE DE LA PURETÉ DU FER

L'existence de l'anomalie des pertes est liée à trois facteurs principaux :

a) **Le trainage magnétique** (5). Dans le cas du fer de pureté suffisamment élevée, la loi de Rayleigh est parfaitement suivie si on limite les mesures à des valeurs du champ et de la fréquence telles que $\text{tg } \alpha$ n'exécède pas 0,3 à 0,4. Dans ces conditions, le facteur trainage magnétique, dû à la diffusion d'impuretés interstitielles, est négligeable.

Seul intervient le trainage de fluctuations thermiques qui se manifesterait par l'ordonnée à l'origine ε de la droite de Jordan (6).

b) **L'hétérogénéité de perméabilité**. Ce facteur, lié à l'existence d'une répartition non homogène de la perméabilité, peut apparaître dans le cas d'échantillons épais.

c) **La structure du matériau en domaines**. C'est le facteur que nous étudions. Il intervient lorsque l'épaisseur de l'échantillon est du même ordre de grandeur que la largeur moyenne des domaines de Weiss. L'anomalie qui apparaît est à relier à la distribution non uniforme des courants de Foucault.

On utilise des échantillons sous forme de couronnes minces dont les épaisseurs sont comprises entre 120 et 20 μm , en général.

Avec le fer de zone fondue, le rapport σ_a/σ peut atteindre des valeurs très élevées (9,35 pour une épaisseur de 11,9 μm). Avec le fer électrolytique, les valeurs de σ_a/σ sont comprises entre 1 et 2.

Signalons que les mesures sur fils ne font apparaître que des anomalies beaucoup plus faibles du fait de la valeur élevée du diamètre des fils utilisés : σ_a/σ n'est plus égal qu'à 1,7 pour un fil de fer de zone fondue de 320 μm de diamètre.

L'emploi de couronnes plates rend possible l'étude micrographique des domaines, très larges et réguliers, sur les échantillons de fer de zone fondue.

L'utilisation du fer de zone fondue permet donc une étude plus simple du phénomène, par suite de la largeur élevée des domaines. De plus, ce matériau se prête bien à l'amincissement électrolytique qui permet de faire varier le rapport D/a , D restant sensiblement constant, dans cette gamme d'épaisseurs. On peut ainsi obtenir pour ce rapport des valeurs comprises entre 1,2 et 6. Dans les mêmes conditions d'étude, la variation du rapport D/a , pour le fer électrolytique, n'est que de 0,3 à 1,5.

En conclusion, le fer de zone fondue — le mieux défini de nos matériaux quant à la composition et aux structures magnétiques observées — se révèle le plus approprié à une étude de l'anomalie des pertes par courants de Foucault, par suite des fortes valeurs de σ_a/σ et D/a enregistrées pour des épaisseurs aisément accessibles par polissage électrolytique.

III. — ÉVOLUTION DE L'ANOMALIE DES PERTES AU COURS DE L'AMINCISSEMENT DES COURONNES, EN RELATION AVEC L'ÉTUDE MICROGRAPHIQUE DES DOMAINES MAGNÉTIQUES

Ces déterminations font suite aux mesures des caractéristiques magnétiques au pont de Maxwell. Nous avons donc successivement étudié le cas des couronnes de diverses épaisseurs initiales obtenues par laminage puis le cas de couronnes dont l'épaisseur est progressivement diminuée par polissage électrolytique. Toutes les couronnes ont subi le même recuit de recristallisation de 48 heures à 850 °C sous hydrogène.

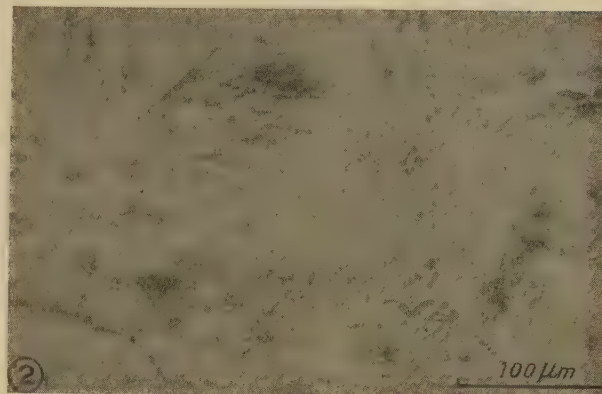
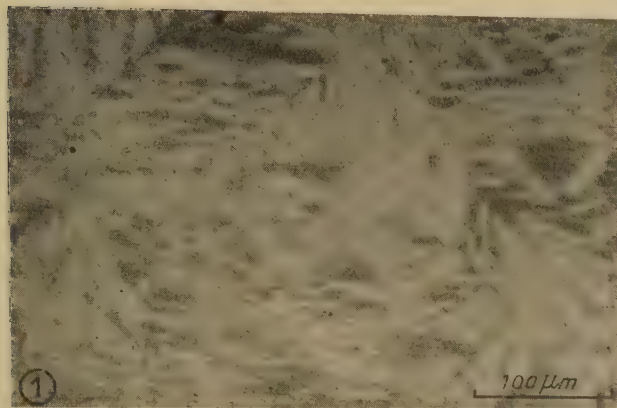


Fig. 33. — Fer de zone fondue. Etude des structures de domaines au cours de l'amincissement par polissage électrolytique.
(1) Épaisseur de la couronne : 160 μm ; (2) Épaisseur de 50 μm (plan voisin de (100)).
Schémas explicatifs correspondant à ces deux structures.

1) Observations micrographiques.

a) Cas des éprouvettes amincies par laminage.

Nous avons déjà signalé qu'en diminuant de plus en plus par laminage l'épaisseur de la tôle à partir de laquelle sera découpée la couronne, on constatait une diminution de la grosseur de grain après recuit de recristallisation, diminution consécutive à un taux de laminage croissant et caractéristique d'un métal de haute pureté. La variation est importante puisque la grosseur de grain, de l'ordre de 0,5 mm² sur une couronne de 150 μm d'épaisseur, tombe à 0,1 mm² quand l'épaisseur n'est plus que de 30 μm . Parallèlement, la largeur des domaines diminue et le paramètre D/a évolue d'une manière complexe.

b) Cas des éprouvettes amincies par polissage électrolytique.

La technique d'amincissement par polissage électroly-

tique nous permet, une fois fixée la grosseur de grain de l'éprouvette, d'amincir cette dernière sans modification de sa structure cristalline. Par ailleurs, on constate, aux diverses valeurs de l'épaisseur prises par la couronne en cours d'amincissement, la conservation de la structure magnétique des domaines principaux, séparés par des parois à 180°. Seules interviennent de légères modifications dans la structure des domaines secondaires et des domaines de fermeture résultant, par exemple, d'irrégularités de surface apparues en cours de polissage. D'autres auteurs ont fait des observations analogues sur d'autres matériaux (8).

Toutes nos déterminations micrographiques sont rapportées à la mesure de la largeur D des domaines principaux révélés au sein de cristaux dont le plan de surface est confondu avec un plan (100) ou (110) — ou dont l'orientation diffère peu de ces plans simples —. Les cristaux sélectionnés, de forme régulière, sont ceux dont la taille correspond à la valeur la plus fréquente observée sur la couronne. La largeur D , choisie pour

une couronne donnée, représente la moyenne des valeurs observées sur plusieurs cristaux de l'éprouvette. Dans le cas d'orientations plus éloignées des plans simples (100) et (110), on constate la simplification de la structure des domaines de fermeture quand l'épaisseur diminue

fortement et atteint une dizaine de microns. Ce point a été observé par d'autres auteurs, sur des alliages fer — silicium (8). A partir d'une certaine épaisseur, par suite de l'augmentation de l'énergie magnétostatique des parois, la formation des domaines superficiels devient énergéti-

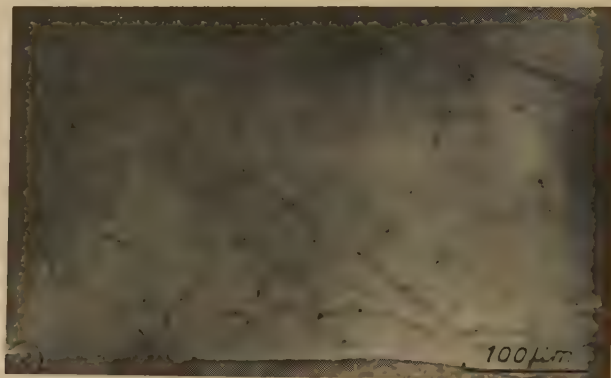
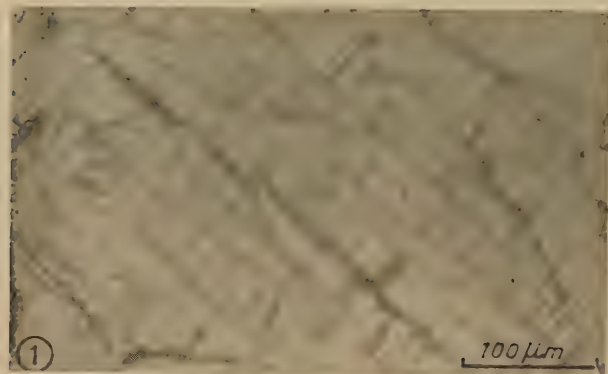


Fig. 34. — Fer de zone fondue. Evolution des structures magnétiques au cours de l'amincissement par polissage électrolytique : (1) Epaisseur de 180 μm ; (2) Epaisseur de 70 μm environ.



Fig. 35. — Fer de zone fondue. Structures identiques observées sur les deux faces d'un même cristal épais de 100 μm . Seule l'existence d'un domaine de fermeture différencie les deux micrographies. On retrouve, sur les deux faces, les parois principales AB, CD et EF.

TABLEAU XV

$e \mu\text{m}$	29,1	47,25	57,2	76,7	86	101	108	115	143
λ	$2,04 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$5,3 \cdot 10^{-5}$	$7,7 \cdot 10^{-5}$	$1,4 \cdot 10^{-4}$	$1,78 \cdot 10^{-4}$	$2,7 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$5,5 \cdot 10^{-4}$
σ_a/σ	3,95	2,70	2,45	2,1	2,75	2,5	2,1	2,1	2,05
ε	0,005	0,01	0,02	0,02	0,035	0,05	0,025	0,035	0,05
D_B	60 à 80 μm			80 à 100 μm		100 à 120 μm		130 à 150 μm	
$D_1 \text{ exp.}$	74	65	65	66	123	120	95	105	120
$D_2 \text{ théor.}$	70	78	84	95	145	151	135	140	170

quement défavorable et ils n'apparaissent plus en surface.

Sur la figure 33 relative à un cristal proche de (100), AB est une paroi principale à 180° (dont on ne voit ici qu'une partie). Elle ne se déplace pas au cours de l'amincissement. En revanche, on constate les profondes modifications de la structure des piques de Néel.

La figure 34 est relative à la surface d'un cristal confondue sensiblement avec un plan (110).

La figure 35 présente les micrographies relatives à un cristal traversant de part en part la couronne épaisse ici de 100 μm . On retrouve sur les deux faces les mêmes structures cristalline et magnétique. Seule l'existence d'un domaine secondaire sur l'une des faces, au sein d'un domaine principal, différencie les deux micrographies. Cette figure montre que la subdivision en domaines principaux, séparés par des parois à 180° , représente bien la structure fondamentale du matériau, liée en particulier aux dimensions des grains, tandis que l'existence de domaines de fermeture est un phénomène de surface, en relation avec les désorientations du plan de surface et des plans cristallographiques simples.

En conclusion, dans la gamme d'épaisseurs convenant à l'étude de l'anomalie σ_a/σ , la largeur D des domaines principaux est conservée au cours de l'amincissement d'une couronne.

2) Valeurs des anomalies observées au pont Maxwell.

Les résultats groupés sur les tableaux XV et XVI se rapportent respectivement :

a) Aux échantillons laminés à des taux différents puis recristallisés. Leurs épaisseurs sont comprises entre 29,1 μm et 143 μm (tabl. XV).

b) Aux échantillons recristallisés, d'épaisseurs initiales différentes, amincis ensuite électrolytiquement. Nous présentons les résultats concernant les couronnes épaisses initialement de 111 μm , 56,6 μm et 26,7 μm dans le tableau XVI.

Sur chacun de ces tableaux, nous avons porté les valeurs de : l'épaisseur a de la couronne; la pente λ de

la droite de Jordan; l'angle de pertes résiduel ε et l'anomalie σ_a/σ correspondante. La signification des lignes relatives aux valeurs D_B , D_1 et D_2 sera donnée plus loin.

TABLEAU XVI

I

$e \mu\text{m}$	26,7	14,5	11,9
λ	$1,3 \cdot 10^{-5}$	$3,86 \cdot 10^{-6}$	$2,53 \cdot 10^{-6}$
σ_a/σ	3,8	5	9,35
ε	0,03	0,02	0,01
D_B	60 à 80 μm		
$D_1 \text{ exp.}$	65	53	75
$D_2 \text{ théor.}$	61	44	67

II

$e \mu\text{m}$	56,6	41,8	23,2	22,2	18,6
λ	$5,3 \cdot 10^{-5}$	$3,15 \cdot 10^{-5}$	$1,55 \cdot 10^{-5}$	$0,9 \cdot 10^{-5}$	$0,65 \cdot 10^{-5}$
σ_a/σ	2,65	3,5	3,65	4,65	4,95
ε	0,04	0,03	0,03	0,03	0,02
D_B	80' à 100 μm				
$D_1 \text{ exp.}$	76	88	70	65	65
$D_2 \text{ théor.}$	88	88	63	61	54,5

TABLEAU XVI (fin)

III

$e \text{ } \mu\text{m}$	111	104,5	98	92,5	72,5	65	46	38	30	23
λ	$2,96 \cdot 10^{-4}$	$2,33 \cdot 10^{-4}$	$2,17 \cdot 10^{-4}$	$2,03 \cdot 10^{-4}$	$1,4 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$4,17 \cdot 10^{-4}$	$4,3 \cdot 10^{-4}$	$3,1 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
σ_a/σ	2,3	2,55	3	2,75	3,3	3,7	3,3	4,55	5,2	5,45
ε	0,045	0,035	0,04	0,03	0,028	0,023	0,03	0,02	0,015	0,02
D_B	130 à 150 μm									
$D_1 \text{ exp.}$	113	130	160	130	138	148	90	117	115	95
$D_2 \text{ théor.}$	155	160	180	155	148	145	95	103	92	75

L'examen des résultats nous permet de faire les remarques suivantes :

- une remarque d'ordre général, indépendante d'ailleurs de la nature du métal étudié : la pente λ de la droite de Jordan diminue quand l'épaisseur décroît. En amincissant l'éprouvette, on fait décroître les pertes liées à l'existence des courants de Foucault par suite de la difficulté croissante de propagation de ces courants.
- en revanche, les valeurs de l'anomalie σ_a/σ déduites des mesures de λ , μ_i et a montrent que σ_a/σ évolue en sens inverse de l'épaisseur. En se rapportant au paramètre D/a , on maintient D sensiblement constant, tandis que a décroît; D/a augmente donc.

En conséquence σ_a/σ et D/a varient dans le même sens.

- Pour une épaisseur donnée les valeurs obtenues pour λ et σ_a/σ sont les plus élevées dans le cas de la couronne amincie par polissage électrolytique. Cette éprouvette présente une taille de grain — donc une dimension de domaines — plus élevée que l'éprouvette recuite après avoir été amenée par laminage à cette épaisseur. Cette remarque met donc bien en évidence le rôle spécifique de la taille des domaines, à épaisseur égale, sur les valeurs observées de σ_a/σ .
- Une dernière ligne groupe les valeurs de l'angle de pertes résiduel ε , obtenues par extrapolation de la droite de Jordan pour une fréquence nulle. On constate que sur une couronne de 100 μm d'épaisseur, $\varepsilon = 0,05$. Le fer électrolytique dans les mêmes conditions conduit à une valeur de ε beaucoup plus faible de l'ordre de 0,01.

D'autre part, quand l'épaisseur diminue, les valeurs de ε observées sur le fer de zone fondue, diminuent également et tendent vers la valeur relative au fer électrolytique.

Ces résultats sont à rattacher aux hypothèses de L. Néel sur le trainage magnétique irréversible, lié aux fluctuations thermiques (10). On rapporte, en effet, à

ce type de trainage l'angle de pertes résiduel ε , défini, en fonction du champ coercitif H_c et du champ de fluctuations S par la relation $\varepsilon \approx S/H_c$; ε varierait donc en sens inverse de H_c . C'est ce que nous observons : quand l'épaisseur a d'une couronne de fer de zone fondue décroît, ε diminue. Or, on sait, par des mesures au fluxmètre, que H_c croît, dans ces conditions. De plus, pour une épaisseur donnée, ε est toujours plus élevé dans le matériau le plus pur (donc pour lequel H_c est le plus faible).

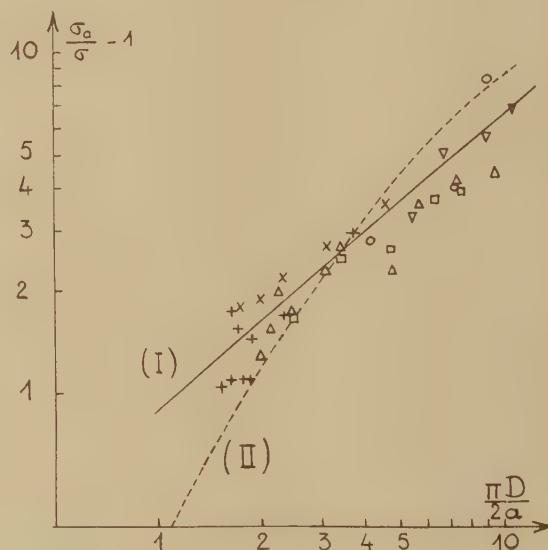


Fig. 36. — Fer de zone fondue. Variation de l'anomalie σ_a/σ en fonction de D/a .

- Echantillons recristallisés d'épaisseurs initiales différentes : 111 μm (Δ); 83 μm ($\times$); 56,6 μm ($\square$); 26,7 μm ($\circ$); et 20 μm (∇) amincis électrolytiquement.
- Echantillons laminés à des taux différents puis recristallisés. Épaisseurs 29,1; 47,2; 57,2; 76,7; 86; 101; 115 et 143 μm ($\times$).

3) Loi expérimentale de variation de σ_a/σ en fonction du paramètre D/a et interprétation des résultats.

Aux fins de comparaison avec les résultats théoriques rencontrés dans la littérature, nous ferons intervenir le terme $\pi D/2a$ au lieu du paramètre fondamental D/a .

Les points expérimentaux relatifs aux deux types d'échantillons étudiés dans le paragraphe précédent sont groupés sur la figure 36. On constate que ces points se placent sensiblement sur la courbe I d'équation : (10)

$$\sigma_a/\sigma - K = \frac{\pi D}{2a} \text{ avec } K \cong 1$$

L'anomalie σ_a/σ fait donc intervenir la forme de l'échantillon et en particulier le rapport D/a de la largeur des domaines à l'épaisseur de l'éprouvette. Ce phénomène résulte de l'hétérogénéité magnétique du matériau qui apparaît seulement lorsque D et a sont du même ordre de grandeur et s'accroît lorsque D est plusieurs fois plus élevé que a . La perméabilité n'est plus uniforme dans la section de l'éprouvette et l'on montre en particulier que les parois se comportent comme si leur perméabilité était beaucoup plus forte que celle existant au sein des domaines.

On applique aux couronnes minces les calculs faits dans le cas du matériau massif (2). On considère le matériau ferromagnétique divisé en domaines principaux tels que l'aimantation J_s varie de 180° de part et d'autre des parois, supposées planes et perpendiculaires à la surface (figure 37) ; on suppose enfin que dans le cas des champs sinusoïdaux de faible amplitude, les variations d'aimantation se produisent exclusivement par déplacements homogènes de parois. Signalons ici tout l'intérêt du fer de zone fondue qui répond parfaitement à ces conditions.

Ces déplacements sont contrôlés par les courants de Foucault qui se développent dans un métal conducteur soumis à un champ variable et qui se propagent de manière à s'opposer aux modifications de l'aimantation. L'application des équations de Maxwell à l'intérieur d'un domaine, compte tenu des conditions aux limites imposées par les parois et les faces de l'éprouvette, conduit à une valeur de déphasage entre B et H plusieurs fois plus forte que celle calculée en supposant le matériau homogène ; le rapport des deux valeurs définit l'anomalie σ_a/σ .

Sur la figure 36 nous avons porté la courbe théorique proposée par Polivanov (2) concernant précisément la valeur de σ_a/σ d'un ferromagnétique qui contient un seul domaine dans le sens de l'épaisseur (courbe II et schéma fig. 37).

Considérons les trois dernières lignes des tableaux XV et XVI groupant les valeurs de D_B , D_1 et D_2 .

D_B représente la largeur moyenne des domaines déterminée par observation des figures de Bitter.

D_1 est la valeur de D correspondant à chaque valeur de σ_a/σ , mesurée compte tenu de la courbe expérimentale (I).

D_2 est définie pour chaque valeur de σ_a/σ mesurée, à partir de la courbe théorique.

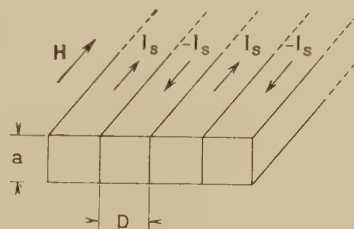


Fig. 37. — Schéma de structure en domaines.

La comparaison des valeurs de D_1 et D_2 avec D_B , obtenu micrographiquement, montre que l'accord le meilleur est réalisé entre les valeurs de D_1 et D_B . Dans le cas du fer de zone fondue la courbe expérimentale (1) traduit donc mieux les résultats de nos observations.

Ainsi il est possible, connaissant la valeur de l'anomalie des pertes par courants de Foucault, de déterminer la valeur correspondante de D qui représente alors la valeur statistique moyenne de la largeur des domaines de Weiss de l'éprouvette étudiée.

Essais complémentaires.

Il s'agit d'essais effectués sur des couronnes de mêmes épaisseurs mais de grosseurs de grain différentes. Dans ce cas, on fait varier la valeur du paramètre D/a par action sur D , a demeurant constant.

Deux couronnes de fer de zone fondue, épaisses de $65 \mu\text{m}$, l'une à grosseur de grain habituelle (3 grains/mm^2), l'autre à grains plus gros ($0,6 \text{ grain/mm}^2$) donnent respectivement les valeurs suivantes :

$$\lambda = 1,1 \cdot 10^{-4} \text{ et } \sigma_a/\sigma = 3,7$$

$$\lambda = 2 \cdot 10^{-4} \text{ et } \sigma_a/\sigma = 6,7.$$

Sur le fer électrolytique à gros grains (1 à 2 grains/mm^2), σ_a/σ augmente sans toutefois dépasser la valeur $2,2$ pour une épaisseur de $80 \mu\text{m}$, en raison d'une plus faible taille des domaines.

Ces essais nous permettent donc bien de vérifier que l'éprouvette présentant la plus forte anomalie est celle dont la taille de grain, donc la dimension des domaines, est la plus forte. Dans ce cas, en effet, à grosseur de grain croissante, le nombre des parois devient de plus en plus faible et la vitesse de déplacement de celles-ci augmente, ce qui se traduit par un accroissement des pertes mesurées et de l'anomalie σ_a/σ .

Conclusion

L'étude de l'anomalie des pertes par courants de Foucault en relation avec la structure des domaines de Weiss — phénomène spécifique d'un matériau ferromagnétique — a été largement facilitée par l'emploi du fer de zone fondue sous forme de couronnes dont l'épaisseur a pu être diminuée d'une manière homogène par amincissement électrolytique.

Ce matériau, caractérisé par l'existence de domaines

de Weiss très bien définis et de grandes dimensions, nous a permis de nous placer dans une gamme d'épaisseurs convenable — quelques dizaines de microns — et de montrer, par l'observation aisée des figures de Bitter et la mesure simultanée de l'anomalie σ_a/σ , le rôle fondamental, joué par la structure magnétique en domaines sur la valeur des pertes dans les champs alternatifs faibles. L'absence de traînage magnétique de diffusion et la qualité des structures observées — éléments fondamentaux d'une telle étude — résultent de la pureté élevée du fer de zone fondue. L'établissement d'une loi expérimentale des variations de σ_a/σ en fonction du paramètre D/a caractéristique de la taille des domaines et de l'épaisseur de l'éprouvette s'est révélé assez proche des déterminations théoriques. Dans le cas du métal de zone fondue, la similitude des valeurs de D , mesurées micrographiquement et déterminées à partir de la loi expérimentale reliant σ_a/σ à D/a , permet donc de connaître, pour une couronne d'épaisseur donnée la largeur moyenne D des domaines de Weiss à partir de la mesure de l'anomalie σ_a/σ de cette couronne, sans avoir recours à l'observation des figures de Bitter.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) H. J. WILLIAMS, W. SHOCKLEY et C. KITTEL. — *Phys. Rev.*, **80** (1950), 1090.
- (2) L. NÉEL. — *Annales de l'Institut Fourier* (1951), 301.
K. M. POLIVANOV. — *Izvesti. Akad. Nauk. SSSR. Ser. Fiz.*, **16** (1952), 449.
R. H. PRY et C. P. BEAN. — *J. Appl. Phys.*, **29** (1958), 532.
E. W. LEE. — *Proceedings of IEE. Monograph 284 M* (1958).
- (3) C. ABGRALL. — D.E.S. Paris (1951).
C. ABGRALL et I. EPELBOIN. — *C.R. Acad. Sci. France*, **234** (1952), 1265.
- (4) M. ALEXANDRE. — D.E.S. Paris (1960).
- (5) J. L. SNOEK. — *Physica*, **5** (1938), 663; **6**, (1939), 161.
- (6) L. NÉEL. — *J. Phys. Radium*, **11**, n° 2, (1950), 49.
- (7) I. EPELBOIN. — Colloque de Magnétisme de Grenoble (1950). Publication C.N.R.S.
- (8) V. A. ZAIKOVA et Ya. S. SHUR. — *Fiz. Metal. Metalloved.*, **10** n° 3, (1960), 350.
- (9) I. EPELBOIN et D. C. SCHUMANN. — *Arch. Sciences*, **11** (1958), 108.
- (10) L. NÉEL. — Colloque de Magnétisme de Grenoble (1960). Publication C.N.R.S.
F. DABOSI, I. EPELBOIN et J. TALBOT. — *C.R. Acad. Sci., France*, **254** (1962), 840.

CHAPITRE IV

INFLUENCE DE LA PURETÉ DU FER SUR SON AMORTISSEMENT INTERNE

INTRODUCTION

En principe, dans le domaine élastique, la courbe effort — déformation d'un métal est une droite dont la pente mesure le module de Young. En réalité, par suite de l'existence de phénomènes anélastiques, la déformation résultant de l'application d'une contrainte élastique n'atteint pas instantanément sa valeur finale. Ce retard de la déformation vis-à-vis de l'effort se traduit par une dissipation d'énergie dont on peut définir la valeur en mesurant par exemple l'amortissement des vibrations libres en torsion d'un matériau initialement soumis à une contrainte élastique.

Cette aptitude d'un solide en vibration à dissiper de l'énergie sous forme de chaleur est appelée frottement interne.

Disposant d'une gamme de fers de compositions différentes nous nous sommes attaché à effectuer des mesures de frottement interne comparatives dans le seul dessein de montrer à partir de quelques expériences comment la pureté intervient dans ce genre de déterminations physiques, en relation, en particulier, avec les propriétés magnétiques déjà explicitées dans les chapitres précédents.

Abstraction faite des sources d'amortissement constantes dues à l'emploi d'un appareil déterminé, les phénomènes responsables du frottement interne du fer se rattachent à deux types fondamentaux de mécanismes dont la nature et l'importance sont, les plus souvent, en relation directe avec la pureté.

D'une part, l'application d'une contrainte périodique

modifie les paramètres du réseau et entraîne une redistribution périodique des atomes interstitiels dans des sites plus favorables, selon un mécanisme de diffusion. Il s'agit là d'un mécanisme réversible. A fréquence constante et température variable, on peut ainsi observer un spectre de pics d'amortissement, spécifiques des éléments interstitiels qui les produisent et dont les hauteurs constituent un moyen de dosage physique des éléments dissous correspondants.

D'autre part, un second groupe de phénomènes est d'origine hystérésique et se trouve associé à des modifications irréversibles. Le phénomène, créé par application d'une contrainte déterminée se poursuit à sa vitesse propre, indépendamment de la fréquence imposée au système.

Dans ce cas l'influence de la pureté sur la mobilité des dislocations et sur les interactions magnéto-élastiques se manifeste par la valeur variable de l'amortissement résiduel et par l'existence d'une relation entre l'amortissement et l'amplitude de la contrainte.

I. — CHOIX DE L'APPAREIL :
PENDULE DE TORSION

Il est difficile de mettre en évidence avec la même netteté sur un appareil donné, des phénomènes dont les mécanismes sont de nature totalement différente.

Dans la littérature, les méthodes de mesure mettant en jeu des fréquences élevées — de quelques K cycles/s

à 1 mégacycle/s — et des amplitudes d'effort faibles, semblent devoir être les plus fructueuses dans la compréhension des phénomènes d'hystérésis. En revanche les méthodes en basse fréquence (autour de 1 cycle/seconde), les plus classiques, demeurent les mieux adaptées à l'étude des éléments interstitiels tout en permettant d'opérer dans une gamme de contraintes suffisamment étendue pour pouvoir observer le cas échéant, une variation de l'amortissement avec l'amplitude.

Ces deux motifs — basse fréquence et taux de contrainte assez élevé — nous ont fait adopter la méthode du pendule de torsion qui par ailleurs se caractérise par l'interprétation en général plus facile des résultats.

Nous avons construit un pendule de torsion du type direct, analogue à celui réalisé par Kê (1). Le montage classique est schématisé sur la figure 38. L'appareillage est conçu pour opérer sous vide, et éventuellement à haute température. L'échantillon se présente sous forme d'un fil AB, long de 25 cm et d'un diamètre de 32/100 mm. L'extrémité supérieure A est fixe tandis que B est relié à une tige rigide supportant un bras d'inertie CD, de moment très élevé. L'extrémité E plonge dans une cuvette d'huile de silicone destinée à amortir les oscillations transversales de l'équipage mobile. L'échantillon

se trouve soumis, à une tension élastique permanente voisine de 0,4 kg/mm², imposée par CD, qui se superpose ainsi à la contrainte de torsion, m est un miroir solidaire des mouvements de l'extrémité B du fil qui permet, par la méthode de Poggendorff, d'effectuer l'enregistrement photographique du mouvement oscillatoire amorti du pendule sur un film placé généralement à 2 m du miroir. Les amplitudes de torsion sont telles que la contrainte maximale de cisaillement sur la fibre externe n'excède pas quelques centaines de g/mm².

II. — MESURE DE L'AMORTISSEMENT

Ce dernier défini par le décrément lo-

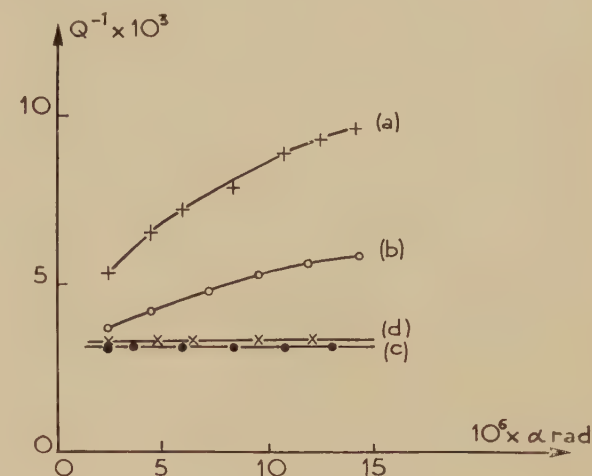


Fig. 39. — Variation de l'amortissement avec l'amplitude α de l'angle de torsion. On a rapporté α à la fibre externe du fil.

- a) Fer de zone fondue;
- b) Fer pur électrolytique;
- c) Fer électrolytique contenant 0,04 % C;
- d) Fer armco.

garithmique δ des oscillations libres du pendule, est généralement exprimé par la quantité sans dimension $Q^{-1} = \delta/\pi$, par analogie avec une vibration électrique dans un circuit à self, capacité et résistance. Quand Q^{-1} dépend peu ou pas du tout de l'amplitude, on ramène la mesure de l'amortissement à la valeur moyenne Q_m^{-1} observée sur un certain nombre d'oscillations. On détermine, par exemple, le temps t au bout duquel la vibration de fréquence f voit son amplitude réduite de moitié; dans ces conditions :

$$Q_m^{-1} = \frac{0,693}{\pi t f}.$$

On ne peut, avec ce type d'appareil, se débarrasser de l'amortissement résiduel, relativement élevé (3 à $5 \cdot 10^{-4}$) dû à la conception même du pendule de torsion.

III. — AMORTISSEMENT GLOBAL D'ÉCHANTILLONS DE FER DE DIFFÉRENTES PURETÉS

La figure 39 groupe les résultats concernant les trois nuances fondamentales de fer dont nous disposons : fer de zone fondue, fer électrolytique, fer armco (2). Les éprouvettes, obtenues par tréfilage direct en plusieurs passes, sont recuites 48 heures à 850 °C sous hydrogène et ensuite refroidies lentement au four. L'amortissement moyen Q^{-1} — rapporté à dix oscillations — est donné en fonction de l'amplitude maximale de torsion sur la fibre externe à fréquence constante égale à 0,4 Hertz. La courbe (a) relative au fer de zone fondue, montre que le frottement interne de ce matériau est, à amplitude

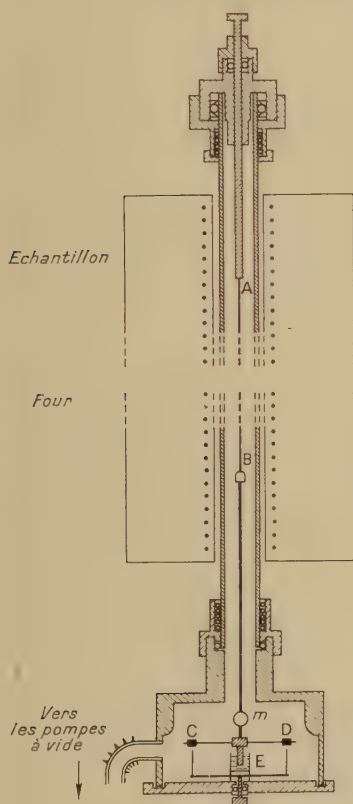


Fig. 38. — Schéma du pendule de torsion sous vide.

donnée, toujours supérieur à celui du fer électrolytique (courbe *b*).

La courbe (*d*), relative au fer armco, révèle l'indépendance du décrément vis-à-vis de l'amplitude, dans le domaine de contraintes envisagées ici.

L'étude d'échantillons de fer de zone fondue, prélevés sur divers barreaux, conduit à des valeurs de Q^{-1} proches de celles relatives à la courbe (*a*). En particulier pour les variétés de fer de zone fondue (G) et (E), on enregistre une différence de 5 % sur les valeurs observées de Q^{-1} , quand la contrainte est de 10^{-2} kg/mm².

Des essais effectués sur échantillons prélevés en tête, milieu et queue d'un même barreau, ne font apparaître que des différences encore plus faibles (5 % tout au plus).

Influence de la grosseur de grain. L'examen macrographique des échantillons montre la cristallisation à gros grains du fer de zone fondue (2 à 3 mm de long) tandis que les cristaux de fer électrolytique ou de fer armco n'excèdent pas 2 à 3/10 mm dans leur plus grande dimension. Nous avons pu, cependant, préparer des fils de fer électrolytique dont les cristaux sont de taille identique à celle des cristaux de fer de zone fondue, à l'aide de la technique de cémentation suivie d'écrouissage décrite dans un chapitre antérieur.

Dans ce cas, on obtient une courbe (*b'*), située au-dessus de (*b*) mais toujours nettement en dessous de (*a*). En ce qui concerne le fer armco, les résultats sont sensiblement les mêmes et toutes les courbes se confondent avec (*d*).

Influence de la teneur en carbone. Nous avons également étudié l'influence de la teneur en carbone sur les valeurs du frottement interne.

Des échantillons de fer électrolytique et de fer de zone fondue ont été carburés à diverses teneurs. La courbe (*c*) relative à du fer électrolytique carburé à 400.10^{-6} permet de constater la similitude de comportement du fer électrolytique carburé et du fer armco. Des essais ont porté sur des fils carburés à 200.10^{-6} , 100.10^{-6} et 60.10^{-6} . Dans tous les cas, l'amortissement est sensiblement indépendant de l'amplitude.

Ces observations nous permettent de faire les remarques suivantes :

- A grosseur de grain égale, l'amortissement le plus élevé est toujours obtenu avec le matériau de plus haute pureté.
- Pour une composition donnée du matériau, la grosseur de grain croissante entraîne une augmentation du frottement interne.
- En outre la variation de l'amortissement avec l'amplitude de torsion est très marquée dans le cas du matériau de zone fondue. En pratique, on constate qu'à partir d'un certain taux d'impuretés (du carbone par exemple, introduit par cémentation), l'amortissement devient sensiblement indépendant de l'effort : des teneurs relativement faibles en carbone (quelques dizaines de 10^{-6}) suffisent à rendre comparables le fer électrolytique et le fer armco.

IV. — INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR L'AMORTISSEMENT DU FER, POUR DIVERSES TEMPÉRATURES DE MESURE

On détermine les valeurs de l'amortissement en fonction de la température de mesure à fréquence constante (0,4 hertz).

Les essais ont porté sur des échantillons de fer électrolytique et de fer de zone fondue soumis à l'un des trois types de traitements thermiques suivants :

- recuit de 12 heures à 720 °C (température de solubilité maximale 200.10^{-6} environ du carbone dans le réseau du fer α) suivi de trempe à l'eau.
- recuit à 720 °C, trempe à l'eau, puis vieillissement à l'étuve à 100 °C.
- recuit habituel de deux jours à 850 °C, suivi de refroidissement lent.

Le recuit à 720 °C permet de solubiliser la totalité du carbone contenu dans le fer électrolytique ou dans le fer de zone fondue, la teneur en ce métalloïde étant en général comprise entre 10.10^{-6} et 20.10^{-6} . Le traitement de trempe maintient en sursaturation à l'ambiante, la totalité du carbone dissous. Aussi, comme le montrent les courbes (1) et (3) de la figure 54, peut-on mettre en évidence le pic de diffusion du carbone interstitiel qui se manifeste par l'existence d'un maximum d'amortissement à 32,5 °C, dans nos essais. Snoek a pu montrer qu'il s'agissait là de la diffusion périodique d'atomes de carbone dissous d'une position préférentielle à une autre (sites octaédriques) (3). Les mesures sont effectuées à température croissante dans l'intervalle (5° C - 70 °C). Dans les mêmes conditions, le pic lié à la présence éventuelle d'azote dissous dans le fer α , devrait apparaître vers 17 °C.

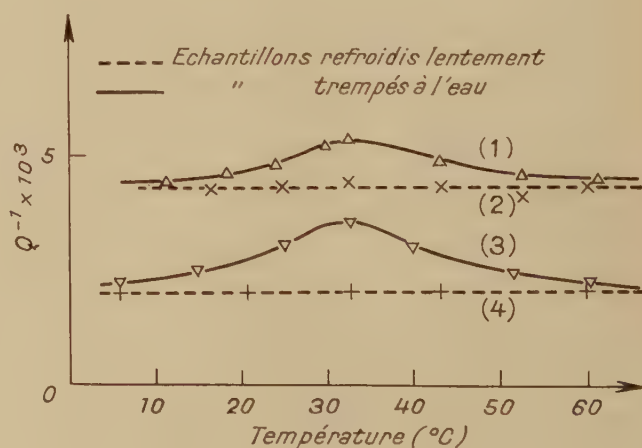


Fig. 40. — Variation de l'amortissement avec la température.
(1) et (2) : Fer de zone fondue; (3) et (4) : Fer pur électrolytique.

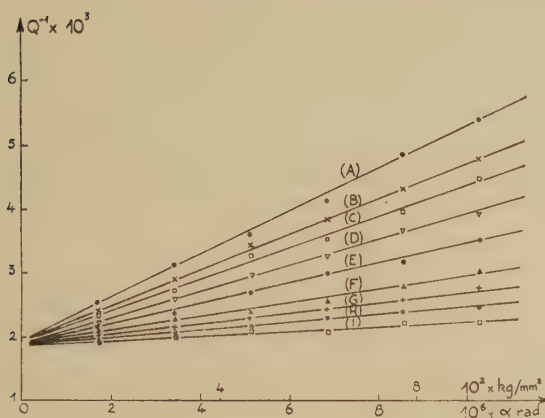


Fig. 41. — Fer de zone fondue.

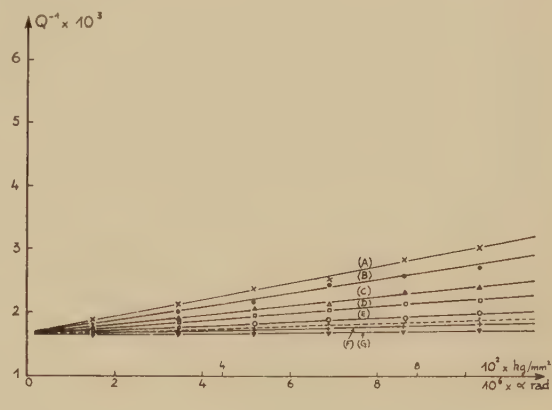


Fig. 42. — Fer électrolytique.

Fig. 41 et 42. — Variation de l'amortissement en fonction de l'amplitude de torsion pour des champs magnétiques donnés.

1) Fer de zone fondue :

(A) échantillon désaimanté; (B) : $H = 0,5$ Oe; (C) : $H = 1,5$ Oe; (D) : $H = 3,1$ Oe; (E) : $H = 6,7$ Oe; (F) : $H = 16,9$ Oe; (G) : $H = 24,1$ Oe; (H) : $H = 59$ Oe; (I) : $H = 82$ Oe.

2) Fer électrolytique :

(A) échantillon désaimanté; (B) : $H = 1$ Oe; (C) : $H = 6$ Oe; (D) : $H = 23,7$ Oe; (E) : $H = 38$ Oe; (F) : $H = 52,5$ Oe; (G) : $H = 76$ Oe; courbe pointillée : fer armco désaimanté.

Sur la figure 40, on constate que le pic du carbone est assez faible. Sachant que la hauteur du pic du carbone est strictement proportionnelle à la teneur du matériau en carbone dissous, un étalonnage préalable nous a permis de déterminer la valeur de la constante de proportionnalité. On obtient :

$$\% \text{ carbone dissous} = k \times Q^{-1} \text{ avec } k = 1,2$$

Les hauteurs des pics des courbes (1) et (3) fournissent ainsi des teneurs en carbone de l'ordre de $15 \cdot 10^{-6}$ et $9 \cdot 10^{-6}$ respectivement pour le fer électrolytique et pour le fer de zone fondue.

Suivant la nature du fer de zone fondue, le pic du carbone présente une hauteur légèrement différente, la variation de Q^{-1} atteignant 2 à $5 \cdot 10^{-4}$, dans les cas extrêmes. Nous n'avons jamais observé le pic de l'azote.

En ce qui concerne le fer électrolytique, la hauteur du pic varie également de quelques unités de 10^{-4} et il apparaît parfois vers 17°C une légère augmentation de Q^{-1} , semblant résulter d'une teneur en azote un peu plus élevée.

En général, la faiblesse de la teneur en azote — pas plus de $5 \cdot 10^{-6}$ dans le fer de zone fondue — nous place en dessous de la limite de sensibilité et explique l'absence de maximum dû à cet élément.

Par vieillissement à 100°C , pendant 24 heures, des éprouvettes trempées à l'eau, on note la disparition du pic du carbone sur les courbes (2) et (4).

Un résultat analogue est obtenu sur un fil refroidi lentement au four depuis 850°C , l'amortissement étant mesuré à amplitude constante, dans l'intervalle de températures précédemment défini.

La disparition du pic d'amortissement de $32,5^\circ\text{C}$, survenant après un traitement de vieillissement ou de

refroidissement lent montre que la quantité de carbone maintenue en solution serait nulle à la température ambiante, dans les limites de sensibilité de notre appareil. Ces observations confirment les conclusions d'autres essais physiques concernant des mesures de caractéristiques mécaniques et de résistivité électrique aux basses températures (4) (5).

Nous avons pu, par ailleurs, suivre cette disparition du pic de diffusion en mesurant sa hauteur, au cours de temps croissants de vieillissement et constater, sur des fils différemment chargés en carbone, l'absence de pic au bout de temps suffisamment longs.

V. — INFLUENCE D'UN CHAMP MAGNÉTIQUE EXTERNE SUR L'AMORTISSEMENT DU FER

Les figures 41 et 42 rassemblent les résultats obtenus respectivement avec des échantillons de fer de zone fondue et de fer électrolytique initialement désaimantés (courbes A) puis soumis à un champ magnétique continu, d'intensité croissante dirigé suivant l'axe AB du fil (courbes B, C, D) (6).

Finalement pour des champs de l'ordre de 80 œersteds, l'évolution devient très faible et l'on peut penser que l'on atteint, pour nos deux matériaux, un état proche de la saturation magnétique. Il s'agit des courbes (I) et (G). Dans ces conditions, on observe encore une légère variation de Q^{-1} avec l'amplitude, dans le cas du fer de zone fondue seulement.

La courbe relative au fer armco désaimanté est tracée sur la figure 42 et montre la faible dépendance de l'amortissement de ce métal vis-à-vis de l'amplitude.

Ces résultats montrent qu'une forte fraction de la

variation de l'amortissement avec l'amplitude dépend de la nature ferromagnétique du matériau étudié.

Dans cette série d'essais les fils sont soumis à des torsions d'amplitude maximale n'excédant pas 10^{-6} radian, ce qui correspond à une contrainte de cisaillement de 8.10^{-2} kg/mm² environ.

L'application de la contrainte de torsion périodique modifie sans cesse l'état d'aimantation du métal. Ces modifications se traduisent par des déplacements de parois de domaines et des rotations des directions d'aimantation au sein de chaque domaine (7). Ainsi se manifestent les interactions magnétoélastiques, dont la valeur dépend des propriétés magnétiques du métal.

Les courbes (A) relatives aux fils désaimantés nous permettent de penser que la mobilité des parois et les rotations de l'aimantation — donc l'absorption d'énergie liée à leurs déplacements ou rotations irréversibles — sont beaucoup plus grandes pour le fer de zone fondue, de pureté supérieure à celle du fer électrolytique.

Pour des états d'aimantation tendant vers la saturation magnétique du fil (courbes B, C, D...) les contraintes élastiques envisagées ne parviennent plus à modifier la structure des domaines car les directions de l'aimantation et les parois des domaines sont alors de plus en plus solidement ancrées par le champ longitudinal appliqué au fil.

Nous constatons, aux faibles amplitudes, la dépendance linéaire de l'amortissement vis-à-vis de la contrainte, comme l'ont constaté divers auteurs sur d'autres matériaux (8) (9). En outre la pente m de cette droite « amortissement-amplitude » est fonction de la pureté puisqu'elle croît quand on passe du fer armco au fer électrolytique et au fer de zone fondue. Des expressions théoriques permettent de relier la valeur m de cette pente, dans le cas du métal désaimanté, à celles des paramètres magnétiques définis dans le domaine de Rayleigh : perméabilité initiale μ_i et coefficient ν de Rayleigh. Kornetzki propose une relation linéaire entre m et ν (10). Brown, pour sa part, considère que le décrement d'un échantillon de fer est beaucoup plus élevé lorsque le métal est désaimanté (11). En particulier, les lois d'Akulov montrent qu'il y a proportionnalité entre $\Delta E/E$ — autre mesure de l'amortissement — et la perméabilité initiale μ_i (11).

Précédemment nous avons donné les valeurs de μ_i et de ν relatives au fer électrolytique et au fer de zone fondue. On obtient respectivement : 1 700 et 6 000 (pour ν) et 350 et 1 100 (pour μ_i). Qualitativement, on constate donc qu'il y a proportionnalité entre m et ν ou μ_i , dans le cas du métal désaimanté (courbes A).

D'autre part, pour une amplitude donnée, l'amortissement d'origine magnétique est bien le plus élevé dans le matériau de plus haute pureté.

Des essais complémentaires sur le fer de zone fondue nous ont permis d'abaisser les valeurs de μ_i et ν par adjonction d'impuretés ou par un léger écrouissage. Par addition de carbone (60.10^{-6} , 100.10^{-6} et 200.10^{-6}) on retrouve une courbe sensiblement confondue avec celle du fer armco. L'amortissement d'origine ferromagnétique est lié aux valeurs de μ_i et de ν .

Pour cette raison les valeurs de cette fraction d'amortissement, les plus élevées avec le fer le plus pur, deviennent sensiblement nulles si ce métal est soumis à des traitements de carburation. Dans le cas du fer de zone fondue écroui, l'amortissement est supérieur à celui du métal parfaitement recuit et refroidi lentement. Il évolue, certes, en fonction de l'amplitude mais demeure insensible à l'action d'un champ extérieur.

VI. — INFLUENCE DES DISLOCATIONS SUR LE FROTTEMENT INTERNE DU FER, EN RELATION AVEC SA PURETÉ

Débarassés de l'anomalie ferromagnétique de l'amortissement par application d'un champ intense, nous constatons les deux faits suivants :

- d'une part la valeur de l'amortissement résiduel, obtenue par extrapolation pour une contrainte nulle, est différente suivant la pureté du métal.
- d'autre part, il subsiste une variation résiduelle de l'amortissement avec l'amplitude, particulièrement sensible dans le cas du fer de zone fondue.

L'origine de l'amortissement résiduel n'est pas encore complètement élucidée. On constate seulement qu'en basse fréquence, il augmente avec la pureté du métal.

La perfection croissante du réseau entraîne en principe une diminution de l'amortissement. Mais l'aptitude d'un métal de haute pureté à former des dislocations est beaucoup plus forte et c'est ce dernier facteur qui prédomine. En particulier, au pendule de torsion, il subsiste une tension, élastique certes, mais permanente qui se superpose à la torsion pure.

L'adjonction d'impuretés à une nuance de fer donnée ou la teneur croissante en impuretés observée quand on passe du fer de zone fondue au fer armco se manifestent au début, par une diminution sensible de l'amortissement résiduel. Au-delà, on obtient une valeur limite avec le fer armco ou le fer électrolytique carburé à 100.10^{-6} .

En ce qui concerne la variation de Q^{-1} avec l'amplitude on constate que pour un métal moins pur que le fer de zone fondue (fer électrolytique par exemple) il faut appliquer des contraintes beaucoup plus élevées pour obtenir un effet sensible. Ces observations rejoignent celles d'autres auteurs (12). Elles peuvent être interprétées sur la base de la théorie de Lücke et Granato (13). Selon ces auteurs une ligne de dislocation est assimilée, sous l'action d'une tension périodique, à une corde vibrante fixée en certains points. Cette image permet de concevoir déjà, pour une certaine pureté, la variation de l'amortissement avec l'amplitude. Les points d'ancrage, constitués par des atomes d'impuretés, sont d'autant plus proches que la pureté du matériau est moindre. Ils réduisent la longueur des segments de ligne de dislocations et limitent par conséquent l'amplitude des oscillations de ces segments. La perte d'énergie mesurée, pour une période, par l'aire balayée par l'ensemble des segments, est donc de plus en plus faible quand la pureté diminue.

Nous avons pu vérifier cette théorie en traçant les

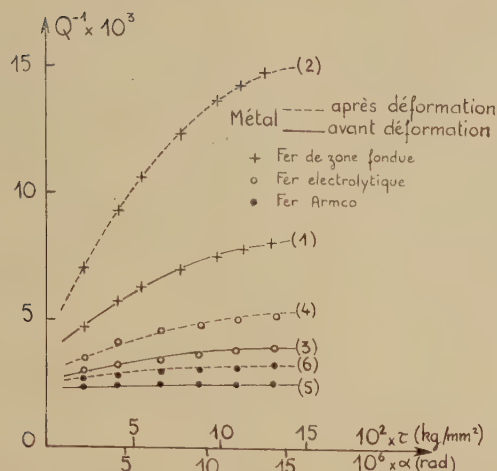


Fig. 43. — Influence d'une faible déformation sur l'amortissement du fer de haute pureté.

courbes « amortissement-amplitude » de fils diversement chargés en carbone, aimantés à saturation.

En particulier, pour des teneurs en carbone de 60 à $80 \cdot 10^{-6}$, on constate que le fer de zone fondue carbure à un comportement analogue au fer armco, par suite de l'ancrage des lignes de dislocations par les atomes d'impuretés.

On obtient des résultats analogues sur des éprouvettes diversement chargées en azote.

VII. — INFLUENCE D'UNE DÉFORMATION SUR L'AMORTISSEMENT D'ÉCHANTILLONS DE FER DE DIFFÉRENTES PURETÉS

a) A l'ambiante.

Les fils sont déformés de 1 à 3 % par allongement à l'ambiante. Sur la figure 43 sont groupées les observa-

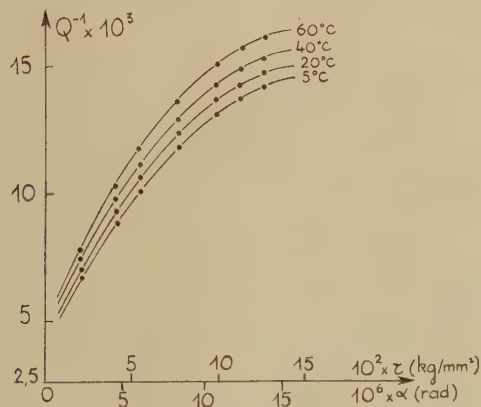


Fig. 44. — Influence de la température de mesure sur l'amortissement du fer de zone fondue faiblement déformé.

tions relatives aux trois nuances fondamentales de fer étudiées; les fils ont été, dans ce cas, déformés de 2 %.

On constate que les variations d'amortissement pour une amplitude donnée, avant et après déformation, sont les plus importantes avec le matériau le plus pur. D'une manière générale, les différences les plus marquées dans l'allure générale des courbes « amortissement-amplitude » s'observent avec le fer de zone fondue.

b) A différentes températures de mesure.

Les mesures sur métal déformé à l'ambiante ont été effectuées à diverses températures; la figure 44 groupe les mesures effectuées à 5°, 20°, 40° et 60° sur le fer de zone fondue immédiatement après sa déformation à 20 °C.

On constate, comme l'ont montré également Fast et Verrijp (14) que les courbes « amortissement-amplitude » dépendent fortement de la température de mesure.

Dans le cas du fer électrolytique la variation de Q^{-1} avec la température de mesure est moins prononcée.

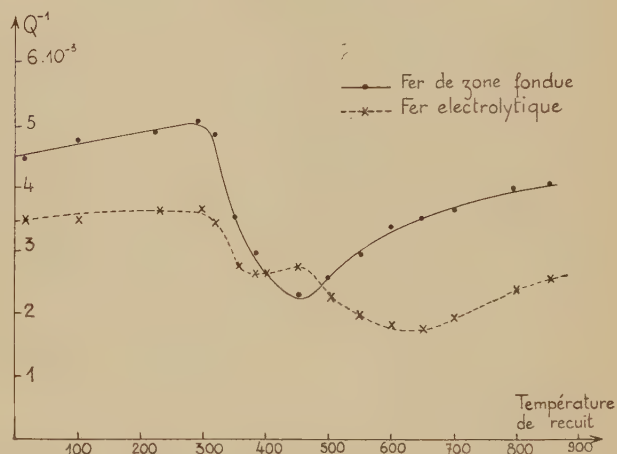


Fig. 45. — Amortissement du fer électrolytique et du fer de zone fondue, initialement fortement écrouis, en fonction de la température de recuit.

Ces deux types d'essais, effectués après déformation plastique faible, montrent que les dislocations créées dans le réseau sont responsables de l'amortissement observé. De plus l'étude sur des matériaux de puretés différentes permet de mettre en évidence, à amplitude donnée, la mobilité plus grande de ces dislocations dans le réseau le plus parfait, par suite de points d'ancrage moins nombreux.

c) Une autre série de mesures a été conduite à l'ambiante sur le métal — fer électrolytique ou fer de zone fondue — brut de tréfilage, recuit ensuite à diverses températures jusqu'à 800 °C. Les résultats sont groupés sur la figure 45. Q^{-1} est ici relatif à une amplitude de torsion de $2 \cdot 10^{-6}$ radian.

On peut faire les remarques suivantes :

- une légère remontée de Q^{-1} est observée jusqu'à des températures de 300 °C environ.
- la chute de l'amortissement, au-delà de 300 °C est assez brutale avec le fer de zone fondue. Au contraire, elle semble être beaucoup plus lente et présente un palier vers 400 °C avec le fer électrolytique.
- on remarque l'existence d'un minimum d'amortissement, dont la position varie d'un métal à un autre; situé vers 450 °C avec le fer le plus pur, il est rejeté vers 650 °C pour le fer électrolytique.
- enfin, on assiste à la remontée de l'amortissement.

On peut penser que la remontée observée jusqu'à 350 °C correspond à une mobilité croissante des dislocations en relation avec un possible réarrangement de leur réseau à courte distance.

La chute de Q^{-1} semble correspondre à une diminution brutale de la densité des dislocations s'opérant au moment de la recristallisation du métal de zone fondue; le palier observé sur le fer électrolytique correspondrait à la restauration du métal et précéderait la chute ultérieure de Q^{-1} (obtenue à plus haute température, vers 600 °C), relative à la recristallisation.

Enfin, la remontée enregistrée à partir de 500 °C pour le fer de zone fondue et 650 °C pour le fer électrolytique est à rattacher à l'influence de la croissance du grain qui permet aux dislocations, demeurant dans le réseau, d'acquiescer une mobilité croissante.

En résumé, ces quelques mesures ont eu pour objet de montrer l'influence de la pureté sur l'amortissement du fer. On a pu mettre en évidence en particulier une variation de l'amortissement avec l'amplitude, d'autant

plus importante que la pureté du métal est plus élevée. Une grande part de cette variation, d'origine ferromagnétique est en relation avec les modifications d'aimantation résultant de l'application d'une contrainte élastique périodique. Elle peut être éliminée par saturation magnétique du métal. On a montré qu'il demeurerait néanmoins une relation « amortissement-amplitude » relevant de l'aptitude des dislocations à se mouvoir dans le réseau faiblement perturbé d'un métal de haute pureté. L'amortissement résiduel enfin, obtenu par extrapolation pour une contrainte nulle, se révèle le plus élevé dans le métal de plus haute pureté.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) T. S. KE. — *Phys. Rev.*, **71** (1947), 533.
- (2) F. DABOSI, B. MIGAUD et J. TALBOT. — *C.R. Acad. Sci. France*, **248** (1959), 553.
- (3) J. SNOEK. — *Physica*, **6** (1939), 591; **8** (1941), 711.
- (4) B. MIGAUD et J. TALBOT. — *C.R. Acad. Sci. France*, **244** (1957), 1771.
- (5) B. MIGAUD et M. WINTENBERGER. — *C.R. Acad. Sci. France*, **246** (1958), 425.
- (6) F. DABOSI et J. TALBOT. — *C.R. Acad. Sci. France*, **250** (1960), 2025.
- (7) Ch. BOULANGER. — *Rev. Métallurg.*, **46** (1949), 321.
- (8) F. FORSTER et W. KOSTER. — *Naturwissen.*, **25** (1937), 436.
- (9) J. SNOEK. — *Physica*, **8** (1941), 745.
- (10) M. KORNETSKI. — *Zeits Phys.*, (1943), 560.
- (11) W. F. BROWN. — *Phys. Rev.*, **50** (1936), 1165.
- (12) S. WEINIG et E. S. MACHLIN. — *J. Appl. Phys.*, **27** (1956), 734; *Acta Met.*, **4** (1956), 262.
- (13) A. GRANATO et K. LUCKE. — *J. Appl. Phys.*, **27** (1956), 583.
- (14) J. D. FAST et M. B. VERRIJP. — *Mét. Corr.*, **427** (1961), 91.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Notre travail a porté sur la comparaison des propriétés magnétiques et de l'amortissement interne d'échantillons de fer de différentes puretés, dont le terme ultime était le fer de zone fondue.

A - Nous avons tout d'abord montré les différences importantes de la structure des domaines magnétiques, révélés par la méthode des figures de Bitter.

La netteté et la régularité des figures de Bitter sont affectées par les champs de dispersion dont l'intensité et la densité dépendent de la pureté physique et chimique du métal.

1) Dans la gamme des fers étudiés, c'est sur le fer de zone fondue que l'on rencontre les domaines les mieux définis et les plus réguliers. Sur ce métal, les largeurs

de domaines sont les plus élevées; elles peuvent atteindre 750 μ m et suivent une loi de variation parabolique en fonction de la taille du grain.

2) Nous avons étudié les modifications de structure et le mode de déplacement des parois de Bloch, au cours des premiers stades de l'aimantation; irréguliers et de faible envergure sur un métal impur (fer armco, fer de zone fondue carburé), les déplacements ne sont homogènes et importants qu'avec le métal de zone fondue.

Les observations dynamiques ont montré que les précipités ou inclusions sont des points d'ancrage s'opposant aux déplacements de parois.

B - Nous avons ensuite étudié les caractéristiques magnétiques des diverses nuances de fer et montré que leurs valeurs dépendent du rapport existant entre l'épais-

seur de l'échantillon et la largeur moyenne des domaines, déterminée micrographiquement.

1) Les valeurs optima des caractéristiques, atteintes avec des éprouvettes épaisses, constituent alors un critère de pureté. La perméabilité maximale $\mu_{\max}$ et le champ coercitif H_c sont respectivement de l'ordre de 25 000 gauss/œrsted et 0,6 œrsted pour le fer électrolytique. Le fer de zone fondue possède des caractéristiques qui atteignent environ 80 000 gauss/œrsted et 0,08 à 0,1 œrsted.

Des différences sont apparues entre divers barreaux de fer de zone fondue d'une part (10 à 15 % de variation sur les mesures de perméabilité maximale et de champ coercitif) et entre échantillons prélevés en divers points d'un même barreau d'autre part : ces mêmes paramètres peuvent varier de 5 à 10 % entre le milieu et la queue d'un barreau. La comparaison des résultats physiques et des teneurs en impuretés fournies par les analyses fait ressortir le rôle fondamental — même à l'échelle de quelques 10^{-6} — des impuretés métalloïdiques sur la détérioration de la qualité magnétique du fer.

2) Le rôle des métalloïdes apparaît tout particulièrement dans l'amélioration des caractéristiques magnétiques du fer armco soumis à des traitements thermiques de purification sous courant d'hydrogène. Inversement le chargement en carbone du fer de zone fondue à des teneurs de l'ordre de 100 à 200.10⁻⁶ provoque une diminution brutale de la perméabilité.

3) Nous avons pu montrer la chute des caractéristiques magnétiques d'éprouvettes dont l'épaisseur a devient égale ou inférieure à la largeur moyenne D des domaines de Weiss. Par suite des grandes dimensions de ses domaines magnétiques, le fer de zone fondue nous a permis d'étudier ce durcissement magnétique avec netteté, pour des épaisseurs relativement élevées.

Le champ coercitif H_c , dont l'augmentation résulte de l'accroissement des champs de désaimantation de l'éprouvette progressivement amincie par polissage électrolytique, suit, en fonction de l'épaisseur a de l'échantillon, la relation $H_c \cdot a^n = \text{constante}$.

C - Dans les champs alternatifs faibles, nous avons mis en évidence des anomalies de pertes par courants de Foucault, conduisant sur le métal de zone fondue à des valeurs de pertes plusieurs fois plus fortes que celles déduites des expressions classiques. Ces anomalies trouvent leur origine dans la structure des domaines de Weiss : de ce fait, le fer de zone fondue fut un matériau de choix et nous a permis de montrer la dépendance des anomalies vis-à-vis du rapport D/a dont la valeur peut être accrue par polissage électrolytique de l'échantillon

(a décroît et D demeure sensiblement constant dans la gamme des épaisseurs comprises entre 120 et 20 μm). Nous avons ainsi établi la loi expérimentale de variation de σ_a/σ (mesure de ces anomalies définie au pont de Maxwell) en fonction du paramètre D/a , dont la valeur est obtenue micrographiquement. Cette relation qui s'écrit $\frac{\sigma_a}{\sigma} - K = \frac{\pi D}{2a}$ (avec $K \cong 1$) est assez proche des

expressions théoriques et permet de connaître, par simple mesure de σ_a/σ , la largeur moyenne des domaines de Weiss, sans recourir à l'observation des figures de Bitter.

D - L'étude de l'influence de la pureté du fer sur son amortissement interne nous a permis de faire les observations suivantes :

1) A amplitude de torsion donnée, l'amortissement Q^{-1} du fer le plus pur est toujours le plus élevé. Il en est de même de l'amortissement résiduel, extrapolé pour une amplitude nulle.

2) La variation de l'amortissement avec l'amplitude, sensiblement nulle pour le fer armco, faible avec le fer électrolytique, est importante avec le fer de zone fondue.

3) On élimine une fraction importante de cette variation par application d'un champ magnétique. On montre en effet, qu'à l'état désaimanté, les interactions magnéto-élastiques se traduisent par une absorption d'énergie liée aux modifications de l'aimantation induites par la contrainte périodique.

A saturation il demeure une variation résiduelle de l'amortissement avec l'amplitude pour le fer de zone fondue. Ce fait associé à un amortissement résiduel plus élevé, traduit une plus forte mobilité des dislocations dans le réseau du métal le plus pur, accrue d'ailleurs par une température croissante de l'essai ; on a pu mettre en évidence l'ancrage progressif des lignes de dislocations par les atomes d'impuretés en carburant du fer de zone fondue. On observe alors un comportement identique à celui du fer armco.

La répartition et l'élimination des dislocations dans le réseau, puis les processus de croissance de grain, au-delà de la recristallisation, nous ont permis d'interpréter l'évolution de Q^{-1} d'éprouvettes initialement écrouies, en fonction de la température de recuit.

5) Des essais sur métal trempé nous ont permis de retrouver le pic de diffusion du carbone interstitiel, tandis que celui relatif à l'azote est inexistant. Après mise en solution complète du carbone à haute température, on n'observe plus le pic du carbone sur les éprouvettes trempées et vieilles à 100 °C, d'une part, ou bien refroidies lentement, d'autre part. Ceci confirme la très faible solubilité du carbone à l'ambiante dans le fer pur, observée par mesure de résistivité électrique.

APPENDICE

Eléments dosés	Fer de z.f.		E (*)	F (*)	G (*)			H (*)		I (*)
	t	q			tt	m	q	14	q	
C.	29		24		7-8	7-9	7-8	3	21	20
O.	8-10	40	9		10	5-6	10-11	t	6	3
Ni.	95		160 à 220			186		0,5		50 à 114
Cu.	3,3		1,5			0,8		5		0,7
Co.	0,7		1,4 à 2			0,32		0,01		0,24
Se.	0,01		0,01					0,01		0,01
Hg.	0,01		0,01					0,25		0,01
As.	0,4		1,45					0,0001		0,0001
Sb.	0,03		0,02					0,1		0,001
Te.	0,05		0,05					0,5		0,05
U.	0,002		0,002					0,002		0,002
Au.	0,015		0,006							0,002
Pd.	0,001		0,001					0,001		0,001
Mo.	37,5		15,5			9		5		14,5
Bi.	0,1		0,1					0,03		0,1
Ag.	0,1		0,1					0,02		0,1
Ga.	0,03		0,03							0,01
W.	0,5		0,4			0,2				3
Sc.	0,01		0,01			0,05		0,01		0,01
Zr.	1,2		0,5			1,5				0,5
Hf.	0,01		0,01			0,0005		0,01		0,01
Mn.	0,5		0,3			0,2 à 0,25		2		0,3
Zn.	0,1		0,1			0,13		0,1		0,1
Cd, Sr.	0,5		0,5					0,5		0,5
Na.	0,01		0,01					0,1		0,04
K, Rb, Cs.	0,01		0,01					0,01		0,01
Pd.	0,001		0,001					0,001		0,001
Cr.	0,5		0,01			0,2 à 0,3		0,01		0,2 à 0,5
Cd.	0,01		0,01							0,01
N.	t	q								
	5	2,6								

(*) E : $v = 20$ cm/h; 12 passages H_2 .Les teneurs sont exprimées en 10^{-6} .F (queue) : $v = 3,5$ cm/h; 16 passages argon + 11 passages H_2 .G : $v = 4$ cm/h; 18 passages H_2 .H : $v = 4,3$ cm/h; 10 passages sous H_2 ; extraction à l'éther.I : zone fondue verticale; $v = 4,3$ cm/h; 17 passages sous argon + 10 passages sous H_2 .

t = tête; m = milieu; q = queue.

TABLE DES MATIÈRES

Introduction générale.	11
--------------------------------	----

CHAPITRE PREMIER

Influence de la pureté du fer sur la subdivision en domaines de Weiss.	12
--	----

I. — TECHNIQUE D'OBSERVATION DES DOMAINES DE WEISS ET PRÉPARATION DU COLLOÏDE.	12
--	----

1) Préparation du colloïde.	12
2) Préparation des éprouvettes.	12
3) Observation des domaines de Weiss en microscopie électronique en transmission.	13

II. — ANALYSE DES DIVERS FERS ÉTUDIÉS.	13
--	----

III. — MODES D'OBSERVATION DES FIGURES DE BITTER.	14
---	----

A. Observation statique des domaines de Weiss.	15
--	----

1) Rappel de quelques notions théoriques.	15
2) Aspect général des figures de Bitter.	15
3) Interprétation de ces observations.	16
4) Etude de la taille des domaines de WEISS en fonction de la grosseur de grain pour des fers de différentes puretés.	18
a) Préparation d'éprouvettes à gros grain.	18
b) Choix des paramètres et résultats.	18
5) Observations des domaines de Weiss au cours de l'aimantation.	19
a) Importance des modifications de structure magnétique en fonction de la pureté.	20
b) Mode de déplacements des parois.	20

B. Observations dynamiques des sauts de parois.	21
---	----

C. Observations relatives au métal polygonisé.	21
--	----

BIBLIOGRAPHIE.	22
------------------------	----

CHAPITRE II

Influence de la pureté sur les caractéristiques magnétiques du fer.	23
---	----

I. — MÉTHODES EXPÉRIMENTALES.	23
---------------------------------------	----

A. Magnétomètre astatique.	23
------------------------------------	----

B. Fluxmètre et perméamètre à bobines démontables.	24
--	----

C. Pont de Maxwell. Mesure de la perméabilité dans les champs alternatifs faibles.	24
Principes des mesures en courant alternatif.	25
Séparation des pertes.	25
Expressions des résultats.	26

II. — RÉSULTATS.	26
--------------------------	----

A. Mesures au magnétomètre et au fluxmètre.	26
---	----

1) Préparation des échantillons.	26
a) Préparation des fils.	26
b) Préparation des couronnes.	26
2) Influence de la pureté du fer sur ses propriétés magnétiques.	27
a) Influence de la pureté des différentes nuances de fer.	27
b) Evolution du champ coercitif du fer écroui, en fonction de la durée du recuit sous hydrogène à 850 °C.	27
c) Variation des caractéristiques magnétiques de divers barreaux en fonction de la position de l'échantillon dans le barreau.	28
d) Influence de faibles additions de carbone.	29
3) Influence de la grosseur de grain.	29
4) Influence des dimensions de l'éprouvette sur les propriétés du fer de différentes puretés.	30
a) Au magnétomètre.	30
b) Au fluxmètre.	30

B. Mesures au pont de Maxwell.	32
--	----

1) Mesures sur fils au pont de Maxwell.	32
a) Cas du fer électrolytique.	33
b) Cas du fer de zone fondue.	33
2) Mesures sur couronnes minces au pont de Maxwell.	33
a) Avantages des couronnes.	33
b) Résultats relatifs au fer électrolytique et à divers fers de zone fondue.	33
3) Interprétation des résultats obtenus sur fils et sur couronnes minces.	35
4) Evolution des propriétés magnétiques au cours de l'amincissement des couronnes, en relation avec l'étude micrographique des domaines magnétiques.	35
a) Cas des couronnes amenées à diverses épaisseurs par laminage, puis recuites.	35
b) Cas des éprouvettes amincies par polissage électrolytique.	35
c) Influence de la grosseur de grain.	36
5) Influence de la polygonisation sur les propriétés magnétiques du fer.	36

BIBLIOGRAPHIE.	37
------------------------	----

CHAPITRE III

Etude de l'anomalie des pertes par courants de Foucault du fer de zone fondue en relation avec la subdivision de ce métal en domaines de Weiss...	37
I. — PRINCIPE DE LA DÉTERMINATION DE L'ANOMALIE DES PERTES PAR COURANTS DE FOUCAULT.	38
II. — CONDITIONS DE MISE EN ÉVIDENCE DE L'ANOMALIE LIÉE A LA STRUCTURE EN DOMAINES. INFLUENCE DE LA PURETÉ DU FER.	38
a) Le traînage magnétique.	38
b) L'hétérogénéité de perméabilité.	38
c) La structure du matériau en domaines.	38
III. — EVOLUTION DE L'ANOMALIE DES PERTES AU COURS DE L'AMINCISSEMENT DES COURONNES, EN RELATION AVEC L'ÉTUDE MICROGRAPHIQUE DES DOMAINES MAGNÉTIQUES.	38
1) Observations micrographiques.	39
a) Cas des éprouvettes amincies par laminage.	39
b) Cas des éprouvettes amincies par polissage électrolytique.	39
2) Valeurs des anomalies observées au pont de Maxwell.	41
3) Loi expérimentale de variation de σ_a/σ , en fonction du paramètre D/a et interprétation des résultats.	43
Essais complémentaires.	43
Conclusion.	43
BIBLIOGRAPHIE.	44

CHAPITRE IV

Influence de la pureté du fer sur son amortissement interne.	44
INTRODUCTION.	44
I. — CHOIX DE L'APPAREIL : PENDULE DE TORSION.	44
II. — MESURE DE L'AMORTISSEMENT.	45
III. — AMORTISSEMENT GLOBAL D'ÉCHANTILLONS DE FER DE DIFFÉRENTES PURETÉS.	45
Influence de la grosseur de grain.	46
Influence de la teneur en carbone.	46
IV. — INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMIQUES SUR L'AMORTISSEMENT DU FER, POUR DIFFÉRENTES TEMPÉRATURES DE MESURE.	46
V. — INFLUENCE D'UN CHAMP MAGNÉTIQUE EXTERNE SUR L'AMORTISSEMENT DU FER.	54
VI. — INFLUENCE DES DISLOCATIONS SUR LE FROTTEMENT INTERNE DU FER, EN RELATION AVEC SA PURETÉ.	48
VII. — INFLUENCE D'UNE DÉFORMATION SUR L'AMORTISSEMENT D'ÉCHANTILLONS DE FER DE DIFFÉRENTES PURETÉS.	49
a) A l'ambiante.	49
b) A différentes températures de mesure.	49
BIBLIOGRAPHIE.	50
Conclusions générales.	50
APPENDICE.	52

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté
RÉSONANCE FERROMAGNÉTIQUE

Vu et approuvé :

Paris, le 25 novembre 1962

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

MARC ZAMANSKY

Vu

et PERMIS D'IMPRIMER

Le Recteur de l'Académie de Paris,

JEAN ROCHE

ÉTABLISSEMENTS BUSSON
IMPRIMEURS
PARIS

